(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

## (19) 世界知的所有権機関 国際事務局





(43) 国際公開日 2002 年6 月13 日 (13.06.2002)

**PCT** 

(10) 国際公開番号 WO 02/46808 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: G02B 5/30, G02F 1/13363, C08J 5/18 // C08L 101:00, 1:12

(21) 国際出願番号:

PCT/JP01/10585

(22) 国際出願日:

2001年12月4日(04.12.2001)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2000-369003 2000年12月4日(04.12.2000) JP 特願2001-064625 2001年3月8日(08.03.2001) JP 特願2001-071845 2001年3月14日(14.03.2001) JP

- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 富士写真フイルム株式会社 (FUJI PHOTO FILM CO., LTD.) [JP/JP]; 〒250-0123 神奈川県南足柄市中沼210番地 Kanagawa (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 網中英一郎 (AM-INAKA, Eiichiro) [JP/JP]. 橋本斉和 (HASHIMOTO, Kiyokazu) [JP/JP]; 〒250-0123 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フイルム株式会社内 Kanagawa (JP).

- (74) 代理人: 柳川泰男(YANAGAWA, Yasuo); 〒160-0004 東京都新宿区四谷2-14 ミツヤ四谷ビル8階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

- 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: OPTICAL COMPENSATING SHEET HAVING OPTICALLY ANISOTROPIC LAYER MADE OF DISCOTIC LIQ-UID-CRYSTALLINE MOLECULES AND TRANSPARENT SUBSTRATE COMPRISING POLYMER FILM

(54) 発明の名称: ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層およびポリマーフイルムからなる透明支持体を有する光学補償シート

(57) Abstract: An optical compensating sheet which comprises an optically anisotropic layer and a transparent substrate. The optically anisotropic layer is made of discotic liquid-crystalline molecules. The transparent substrate comprises a polymer film having an Re retardation of 10 to 70 nm, an Rth retardation of 70 to 400 nm, and a standard deviation of retardation axis angle of 1.5° or smaller.

#### (57) 要約:

光学補償シートは、光学異方性層および透明支持体を有する。光学異方性層は、ディスコティック液晶性分子から形成した層である。透明支持体は、Reレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、Rthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなる。

VO 02/46808 A1



# 明細書

ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層およびポリマーフイル ムからなる透明支持体を有する光学補償シート

# [発明の分野]

本発明は、ポリマーフイルムからなる透明支持体上にディスコティック液晶性 分子から形成した光学異方性層を有する光学補償シートに関する。さらに本発明 は、光学補償シートを用いた偏光板と液晶表示装置にも関する。

# [発明の背景]

液晶表示装置(LCD)は、CRT(cathode ray tube)と比較して、薄型、軽量、低消費電力との大きな利点を有する。液晶表示装置は、液晶セルおよび液晶セルの両側に配置された二枚の偏光板からなる。液晶セルは、棒状液晶性分子、それを封入するための二枚の基板および棒状液晶性分子に電圧を加えるための電極層からなる。封入した棒状液晶性分子を配向させるため、二枚の基板には配向膜が設けられる。

液晶セルに表示される画像の着色を除去するため、液晶セルと偏光板との間に 光学補償シート(位相差板)を設けることが多い。偏光板と光学補償シートとの 積層体は、楕円偏光板として機能する。光学補償シートに、液晶セルの視野角を 拡大する機能を付与する場合もある。

光学補償シートとしては、延伸した合成ポリマーフイルム(例、ポリカーボネートフイルム、ポリスルホンフイルム)が従来から使用されている。

合成ポリマーフイルムに代えて、透明支持体上にディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層を有する光学補償シートを使用することも提案されている。光学異方性層は、ディスコティック液晶性分子を配向させ、その配向状態を固定することにより形成する。ディスコティック液晶性分子は、一般に大きな複屈折率を有する。また、ディスコティック液晶性分子には、多様な配向形態がある。従って、ディスコティック液晶性分子を用いることで、従来の合成ポリマ

PCT/JP01/10585

ーフイルムでは得ることができない光学的性質を有する光学補償シートを製造することができる。ディスコティック液晶性分子を用いた光学補償シートについては、特開平6-214116号公報、米国特許5583679号、同5646703号、西独特許公報3911620A1号の各明細書に記載がある。

光学補償シートの透明支持体としては、光学等方性(低いレターデーション値)が要求される場合には、一般にセルロースアセテートフイルムが用いられている。逆に、光学異方性(高いレターデーション値)が要求される場合には、延伸した合成ポリマーフイルム(例、ポリカーボネートフイルム、ポリスルホンフイルム)が用いられてる。

光学補償シートのような光学材料の技術分野では、ポリマーフイルムに光学的 異方性 (高いレターデーション値) が要求される場合には合成ポリマーフイルム を使用し、光学的等方性 (低いレターデーション値) が要求される場合にはセル ロースアセテートフイルムを使用することが一般的な原則であった。

欧州特許 0 9 1 1 6 5 6 A 2 号明細書には、従来の一般的な原則を覆して、光 学的異方性が要求される用途にも使用できる高いレターデーション値を有するセ ルロースアセテートフイルムが開示されている。

# [発明の要旨]

米国特許 4 5 8 3 8 2 5 号、同 5 4 1 0 4 2 2 号の各明細書に、棒状液晶性分子を液晶セルの上部と下部とで実質的に逆の方向に(対称的に)配向させるベンド配向モードの液晶セルを用いた液晶表示装置が開示されている。棒状液晶性分子が液晶セルの上部と下部とで対称的に配向しているため、ベンド配向モードの液晶セルは、自己光学補償機能を有する。そのため、この液晶モードは、OCB (Optically Compensatory Bend) 液晶モードとも呼ばれる。ベンド配向モードの液晶表示装置は、応答速度が速いとの利点がある。

ベンド配向モードは、一般的な液晶モード(TNモード、STNモード)と比較すると、視野角が広く、応答速度が速いとの特徴がある。しかし、CRTと比較すると、さらに改良が必要である。

ベンド配向モードの液晶表示装置をさらに改良するため、一般的な液晶モード

と同様に光学補償シートを用いることが考えられる。特開平9-197397号公報(米国特許5805253号明細書)、WO96/37804号明細書(欧州特許出願0783128A号明細書)および特開平11-316378号公報(米国特許6064457号明細書)には、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層を有する光学補償シート、およびそれを用いたベンド配向モードの液晶表示装置が開示されている。

ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層を有する光学補償シートを、ベンド配向モードの液晶表示装置に使用することで、非常に広い視野角が得られる。しかし、本発明者が研究を進めたところ、液晶表示装置のパネル面内で表示特性(例、正面コントラスト比、視野角)にばらつきが認められた。

本発明の目的は、ベンド配向モードの液晶セルを適切に光学的に補償し、液晶パネル面内で均一かつ良好な表示特性を得ることである。

本発明者の研究の結果、ベンド配向モードの液晶セルを光学的に補償して、ベンド配向モードの優れた表示特性を面内で均一に得るためには、光学補償シートの透明支持体として用いるポリマーフイルムについて、レターデーション値を制御し、さらに遅相軸角度の標準偏差を制御する必要であることが判明した。

本発明は、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層および透明 支持体を有する光学補償シートであって、透明支持体が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなることを特徴とする光学補償シートを提供する:

- (1)  $Re = (nx ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、n x は、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; n y は、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; n z は、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、d は、透明支持体の厚さである]。

また、本発明は、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティ

ック液晶性分子から形成した光学異方性層、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であって、透明支持体が、前記式(I)により定義されるReレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、前記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする楕円偏光板を提供する。

さらに、本発明は、ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された 二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、少なくとも一方の偏光板が、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であり、透明支持体が、前記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、前記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置を提供する。

さらにまた、本発明は、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であって、透明支持体が、前記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、前記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする楕円偏光板を提供する。

そして、本発明は、ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された

二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、少なくとも一方の偏光板が、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であり、透明支持体および透明支持体と偏光膜との間の透明保護膜が、それぞれ、前記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、前記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置を提供する。

そしてまた、本発明は、ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、液晶セルと少なくとも一方の偏光板との間に、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層および透明支持体からなる光学補償シートと透明保護膜とが配置されており、透明支持体および透明保護膜が、それぞれ、前記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、前記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置を提供する。

なお、本明細書において、光学補償シートの透明支持体として用いられるポリマーフイルムの遅相軸角度の標準偏差とは、任意の基準方向(例えば、ポリマーフイルムの延伸方向)と10点の測定個所で測定した遅相軸との角度(10点)の標準偏差を意味する。10点の測定個所は、フイルムの幅方向で等間隔に設定する。

また、本明細書において、「遅相軸(slow axis)」は屈折率が最大となる方向を、そして「透過軸 (transmission axis)」は透過率が最大となる方向を意味する。



本発明者の研究の結果、ベンド配向モードの液晶セルを適切に光学補償することができる光学補償シートを得ることに成功した。

本発明の光学補償シートでは、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層の光学異方性と、透明支持体の光学異方性とが協調してベンド配向モードの液晶セルを光学的に補償する。透明支持体として、レターデーション値と遅相軸角度の標準偏差とを制御したポリマーフイルムを用いると、ベンド配向モードの液晶セルを適切に光学的に補償し、液晶パネル面内で均一かつ良好な表示特性を得ることができる。

以上のように、本発明の光学補償シートは、ベンド配向モードの液晶セルを光 学的に補償するために開発されたが、他のモード(例、VAモード、TNモード 、n-ASMモード)の液晶セルに対しても同様の効果が得られる。

## [図面の簡単な説明]

図1は、ベンド配向液晶セル内の液晶性化合物の配向を模式的に示す断面図である。

図2は、楕円偏光板を示す模式図である。

図3は、ベンド配向型液晶表示装置を示す模式図である。

図4は、ベンド配向型液晶表示装置における光学補償の関係を示す概念図である。

#### 「発明の詳細な説明」

### (液晶表示装置の基本構成)

図1は、ベンド配向モードの液晶セル内における配向状態を模式的に示す断面 図である。

図1に示すように、ベンド配向液晶セルは、上基板(14a)と下基板(14b)の間に液晶性化合物(11)を封入した構造を有する。ベンド配向液晶セルに使用する液晶性化合物(11)は、一般に正の誘電率異方性を有する。液晶セルの上基板(14a)と下基板(14b)は、それぞれ、配向膜(12a、12b)と電極層(13a、13b)を有する。配向膜は棒状液晶性分子(11a~

PCT/JP01/10585

11j)を配向させる機能を有する。RDは配向膜のラビング方向である。電極 層は棒状液晶性分子(11a~11j)に電圧を印加する機能を有する。

ベンド配向液晶セルの印加電圧が低い時、図1のoffに示すように、液晶セルの上基板(14a)側の棒状液晶性分子(11a~11e)と下基板(14b)側の棒状液晶性分子(11f~11j)とは、実質的に逆の向きに(上下対称に)に配向する。また、基板(14a、14b)近傍の棒状液晶性分子(11a、11b、11i、11j)は、ほぼ水平方向に配向し、液晶セル中央部の棒状液晶性分子(11d~11g)は、ほぼ垂直方向に配向する。

図1のonに示すように、印加電圧が高いと、基板(14a、14b)近傍の棒状液晶性分子(11a、11j)は、ほぼ水平に配向したままである。また、液晶セル中央部の棒状液晶性分子(11e、11f)は、ほぼ垂直に配向したままである。電圧の増加により配向が変化するのは、基板と液晶セル中央部との中間に位置する棒状液晶性分子(11b、11c、11d、11g、11h、11i)であり、これらはoffの状態よりも垂直に配向する。しかし、液晶セルの上基板(14a)側の棒状液晶性分子(11a~11e)と下基板(14b)側の棒状液晶性分子(11f~11j)とが、実質的に逆の向きに(上下対称に)に配向することは、offの状態と同様である。

図2は、楕円偏光板を示す模式図である。

図2に示す楕円偏光板は、ディスコティック液晶性分子(31a~31e)から形成した光学異方性層(31)、光学異方性を有する透明支持体(33)および偏光膜(34)の積層体からなる。図2に示す楕円偏光板は、光学異方性層(31)と透明支持体(33)との間に配向膜(32)を有する。

ディスコティック液晶性分子(31a~31e)は、平面分子であって、分子中にはただ一個の平面、すなわち円盤面を持つ。円盤面は、透明支持体(33)の面に対して傾斜している。円盤面と支持体面との間の角度(傾斜角)は、円盤状化合物と配向膜からの距離が増加するに伴って増加している。平均傾斜角は、20乃至50°の範囲であることが好ましい。図2に示すように傾斜角を変化させると、楕円偏光板の視野角拡大機能が著しく向上する。また、傾斜角を変化させた楕円偏光板には、表示画像の反転、階調変化あるいは着色の発生を防止する

機能もある。

図2では、ディスコティック液晶性分子(31a~31e)の円盤面の法線(NL)を透明支持体面へ正射影した方向(PL)の平均が、配向膜(32)のラビング方向(RD)と反平行の関係になる。ディスコティック液晶性分子の円盤面の法線の透明支持体面への正射影の平均方向と透明支持体(33)の面内遅相軸(SA)との角度は、実質的に45°であることが好ましい。そのためには、楕円偏光板の製造工程において、配向膜(32)のラビング方向(RD)と透明支持体の面内遅相軸(SA)との角度(θ)を実質的に45°になるように調節すればよい。

さらに図2では、透明支持体(33)の面内遅相軸(SA)と偏光膜(34)の面内透過軸(TA)とが実質的に平行になるように透明支持体と偏光膜とを配置している。透明支持体(33)の面内遅相軸(SA)は、原則として透明支持体の延伸方向に相当する。偏光膜(34)の面内透過軸(TA)は、原則として偏光膜の延伸方向に垂直な方向に相当する。

図3は、ベンド配向モードの液晶表示装置を示す模式図である。

図3に示す液晶表示装置は、ベンド配向液晶セル(10)、液晶セルの両側に配置された一対の楕円偏光板(31A~34A、31B~34B)およびバックライト(BL)からなる。

ベンド配向液晶セル(10)は、図1に示した液晶セルに相当する。液晶セル (10) の上下のラビング方向(RD2、RD3)は、同一方向(平行)である

楕円偏光板は、液晶セル(10)側から、光学異方性層(31A、31B)、透明支持体(33A、33B)および偏光膜(34A、34B)がこの順に積層されている。光学異方性層(31A、31B)のディスコティック液晶性分子を配向させるためのラビング方向(RD1、RD4)は、対面する液晶セルのラビング方向(RD2、RD3)とは反平行の関係にある。前述したように、ディスコティック液晶性分子のラビング方向(RD1、RD4)は、円盤面の法線を透明支持体面へ正射影した平均方向と反平行になる。透明支持体(33A、33B)の面内遅相軸(SA1、SA2)および偏光膜(34A、34B)の面内透過



軸 (TA1、TA2) は、ディスコティック液晶性分子のラビング方向(RD1、RD4) と同一平面では実質的に45°の角度になる。そして、二枚の偏光膜(34A、34B) は、面内透過軸(TA1、TA2)が互いに直交するよう(クロスニコル) に配置されている。

図4は、ベンド配向モードの液晶表示装置における光学補償の関係を示す概念図である。

図4に示すように、ベンド配向液晶セル(10)を、ディスコティック液晶性 分子から形成した光学異方性層(31A、31B)と光学異方性を有する透明支 持体(33A、33B)とが協調して、光学的に補償する。

光学異方性層(31A、31B)のディスコティック液晶性分子を配向させるためのラビング方向(RD1、RD4)を、液晶セルのラビング方向(RD2、RD3)とは反平行の関係に設定すると、ベンド配向液晶セル(10)の液晶性分子と光学異方性層(31A、31B)の円ディスコティック液晶性分子とが対応(a~c、e~g)して、光学的に補償する。そして、ベンド配向液晶セル(10)中央部の実質的に垂直に配向している液晶性分子には、透明支持体(33A、33B)の光学異方性が対応(d、h)するように設計されている。なお、透明支持体(33A、33B)に記入した楕円は、透明支持体の光学異方性により生じる屈折率楕円である。

# (ポリマーフイルムのレターデーション値)

ポリマーフイルムのReレターデーション値およびRthレターデーション値は、それぞれ、下記式(I)および(II)で定義される。

- (I)  $Re = (nx-ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$
- 式(I)および(II)において、nxは、フイルム面内の遅相軸方向(屈折率が最大となる方向)の屈折率である。
- 式(I)および(II)において、nyは、フイルム面内の進相軸方向(屈折率が最小となる方向)の屈折率である。
  - 式(II)において、nzは、フイルムの厚み方向の屈折率である。



式 (I) および (II) において、dは、単位をnmとするフイルムの厚さである。

本発明では、ポリマーフイルムのReレターデーション値を10万至70nm (好ましくは、20万至70nm)、そして、Rthレターデーション値を70万 至400nmに調節する。

液晶表示装置に二枚の光学的異方性ポリマーフイルムを使用する場合、フイルムのRthレターデーション値は70万至200nmであることが好ましい。

液晶表示装置に一枚の光学的異方性ポリマーフイルムを使用する場合、フイルムのRthレターデーション値は150乃至400nmであることが好ましい。

なお、ポリマーフイルムの複屈折率( $\Delta$ n:nx-ny)は、0.00025 乃至0.00088であることが好ましい。また、透明支持体の厚み方向の複屈 折率  $\{(nx+ny)/2-nz\}$ は、0.00088乃至0.005であるこ とが好ましい。

# (ポリマーフイルムの遅相軸角度)

透明支持体面内における遅相軸の角度は、ポリマーフイルムの延伸方向を基準線(0°)とし、遅相軸と基準線のなす角度で定義する。ここで、ロール形態のフイルムを幅方向に延伸する時は幅方向を基準線とし、長手方向に延伸する時は長手方向を基準線とする。

遅相軸角度の平均値は3°以下であることが好ましく、2°以下であることが さらに好ましく、1°以下であることが最も好ましい。遅相軸角度の平均値の方 向を遅相軸の平均方向と定義する。

また、遅相軸角度の標準偏差は1.5°以下であることが好ましく、0.8°以下であることがにさら好ましく、0.4°以下であることが最も好ましい。

さらに、遅相軸角度(軸ズレ)のレンジは5°以下であることが好ましく、3°以下であることがにさら好ましく、2°以下であることが最も好ましい。レンジとは、幅方向全域にわたって等間隔に20点測定し、軸ズレの絶対値の大きいほうから4点の平均と小さいほうから4点の平均の差をとったものである。



#### (熱収縮開始温度)

ポリマーフイルムは、130℃以上190℃以下の熱収縮開始温度を有することが好ましい。

本発明者の研究によれば、光学補償シートを備えた液晶表示装置に通電してから時間が経過すると、画面周辺部に表示ムラが発生することがある。本発明者が、表示ムラを詳細に検討したところ、画面周辺部の透過率の上昇によってムラが生じていることが判明した。表示ムラは、黒表示において顕著である。

本発明者が、表示ムラの原因について研究を進めた結果、光学補償シートを液晶セルに張り付けた時に、微妙に存在する張力ムラが原因となっていることが判明した。光学補償シートを液晶セルにぴったりと張り付けることができれば、張力ムラ、そして、それを原因とする表示ムラを解消することができる。しかし、実際の液晶表示装置の生産工程において、そのように正確に光学補償シートを貼り付けることは、非常に困難である。

本発明者は、さらに研究を進め、液晶表示装置に付属しているバックライトからの熱で光学補償シートを適度に収縮させ、それにより張力ムラを解消することを試みた。ただし、そのためには、光学補償シートを構成するポリマーフイルムが適度に熱収縮する必要がある。ほとんど熱収縮しないポリマーフイルムでは、張力ムラを解消することはできない。また、ポリマーフイルムが大幅に熱収縮しても、過度の収縮による別の張力ムラが発生してしまう。

本発明者が光学補償シートに使用していたポリマーフイルムを検討したところ、従来の合成ポリマーフイルムは熱収縮が不足し、従来のセルロースアセテートフイルムでは熱収縮が過剰であった。

本発明者の研究の結果、熱収縮開始温度が130℃以上190℃以下であるポリマーフイルムならば、適度の熱収縮が得られることが判明した。従来の光学補償シートに使用していた合成ポリマーフイルムは、熱収縮開始温度が190℃を越えていた。また、従来の光学補償シートに使用していたセルロースアセテートフイルムは、熱収縮温度が130℃に達してなかった。

熱収縮開始温度は、140℃以上180℃以下であることがさらに好ましく、 140℃以上170℃以下であることが最も好ましい。熱収縮開始温度は、TM A(Thermal Mechanical Analyzer)を用いて測定できる。具体的には、ポリマーフイルムを昇温しながら延伸方向のサンプルの寸法を測長し、原長に対し2%収縮した温度を調べる。

このような熱収縮開始温度は、後述する製造方法の(延伸法を含む)条件調整により達成できる。

#### (破断伸度・強度)

ポリマーフイルムの破断伸度は10%以上30%以下が好ましく、より好ましくは15%以上29%以下、さらに好ましくは20%以上28%以下である。破断強度は $11kg/m^2$ 以上 $20kg/m^2$ 以下が好ましく、より好ましくは $12kg/m^2$ 以上 $19kg/m^2$ 以下、さらに好ましくは $13kg/m^2$ 以上 $18kg/m^2$ 以下である。破断伸度・強度とは、サンプルを延伸方向(2軸に延伸した場合はより高倍率な方向)に切り出し、を25%60%RHで10%/分で引っ張ったときに破断する長さ、強度(荷重を引張試験前のサンプルの断面積で割った値)である。

光学補償シートは、裁断し液晶セルに張り付けて使用する。裁断から張り付け において発生する裁断屑やバリが、光学補償シートや液晶セルに付着し、これが 液晶を黒表示したときに夜空の星状に輝点となる「輝点故障」の原因になる。上 記の破断伸度・強度を有するポリマーフイルムを透明支持体として光学補償シー トに用いることで、輝点故障を大幅に軽減できる。

## (フイルムに使用するポリマー)

ポリマーフイルムは、光透過率が80%以上であることが好ましい。ポリマーフイルムとしては、外力により複屈折が発現しにくいポリマーを用いることが好ましい。ポリマーの例には、セルロース系ポリマー、ノルボルネン系ポリマー(例、アートン、JSR(株)製);ゼオノア、日本ゼオン(株)製;ゼオネックス、日本ゼオン(株)製)およびポリメチルメタクリレートが含まれる。

なお、光学補償シートを使用した透過型液晶表示装置において、通電後時間が 経過すると画面周辺部に「額縁状の表示ムラ」が発生することがある。このムラ



は、画面周辺部の透過率の上昇によるものであり、特に黒表示時において顕著となる。透過型液晶表示装置では、バックライトから発熱しており、しかも液晶セル面内で温度分布が生じる。この温度分布により光学補償シートの光学特性(レターデーション値、遅相軸の角度)が変化することが「額縁状の表示ムラ」の発生原因である。光学補償シートの光学特性の変化は、温度上昇による光学補償シートの膨張または収縮が液晶セルまたは偏光板との粘着により抑制されるために、光学補償シートに弾性変形が生じることに起因する。

上記のような「額縁状の表示ムラ」を抑制するには、ポリマーフイルムに熱伝導率が高いポリマーを使用して、バックライト光源からの熱を逃がすことが好ましい。熱伝導率が高いポリマーの例には、セルロースアセテート( $0.22W/m\cdot^{\circ}$ )、低密度ポリエチレン( $0.34W/m\cdot^{\circ}$ )、ABS( $0.36W/m\cdot^{\circ}$ )が好ましい。環状オレフィンポリマーである、ZEONEX( $0.20W/m\cdot^{\circ}$ )が好ましい。環状オレフィンポリマーである、ZEONEX( $0.20W/m\cdot^{\circ}$ 、日本ゼオン(株)製)、ARTON( $0.20W/m\cdot^{\circ}$ 、JSR(株)製)も熱伝導率が高いポリマーである。

上記の光学的な特性と、熱的な特性を考慮すると、フイルムに用いるポリマーは、セルロース系ポリマーが好ましく、セルロースエステルがより好ましく、セルロースの低級脂肪酸エステルがさらに好ましい。低級脂肪酸とは、炭素原子数が6以下の脂肪酸を意味する。炭素原子数は、2(セルロースアセテート)、3(セルロースプロピオネート)または4(セルロースブチレート)であることが好ましい。セルロースアセテートプロピオネートやセルロースアセテートブチレートのような混合脂肪酸エステルを用いても良い。

セルロースアセテートが最も好ましい。セルロースアセテートの酢化度は、5 9.0万至61.5%であるセルロースアセテートが好ましい。酢化度とは、セルロース単位質量当たりの結合酢酸量を意味する。酢化度は、ASTM:D-8・17-91(セルロースアセテート等の試験法)におけるアセチル化度の測定および計算に従う。

セルロースには、酢酸とエステル化反応できる水酸基が、一つのグルコース単位当たり3個(2位、3位、6位)存在する。6位の置換率は、30%以上40

%以下が好ましく、31%以上39%以下がさらに好ましく、32%以上38%以下が最も好ましい。

セルロースアセテートの2位、3位および6位の水酸基は、均等にアセチル化しない。6位の水酸基のアセチル化度は、2位および3位に比べて少ないことが普通である。6位置換率は、通常28%程度である。6位のアセチル化率を上記のように大きな値にすると、フイルムの延伸中に発生する白化故障を抑制することができる。

セルロースアセテートは、剛直なグルコピラノース環構造のため破断しやすい。そのため、セルロースアセテートは、延伸性が良好なポリエステルと比較すると、破断伸度が1/10程度しかない。その結果、延伸に伴って白化故障が発生する。これは、延伸中に剛直な分子が切断され、クレーズを発生し白化するものである。このような白化故障は、幅方向で差があり、中央部の方が端部よりも発生しやすい。これは、中央部の方が延伸倍率が大きくなりやすいためである。白化により生じるヘイズの差は、光学補償シートが液晶表示装置に組み込まれると、輝度のムラになる。すなわち、ヘイズの高いところの輝度が低下して見える。

6位の酢化度を高い値にすると、破断伸度が伸びて、白化故障を小さくできる。2位、3位の水酸基はグルコピラノース環に直接付いているが、6位の水酸基はメチレン基を介して環に付いている。よって、6位を置換したアセチル基は、他のアセチル基よりも運動性が大きく、他の分子と絡み合いを生じやすい。6位のアセチル基が他の分子と絡み合う構造が、弱い架橋構造として機能し、破断を抑制し、白化故障を低減していると推定される。

6位水酸基は、アセチル基以外に炭素数3以上のアシル基(例、プロピオニル 基、ブチロイル基、バレロイル基、ベンゾイル基、アクリロイル基)で置換され ていてもよい。各位の置換度は、NMRによって測定できる。

6位酢化度が高いセルロースアセテートは、特開平11-5851号公報の記載(段落番号0011~00022の記載、段落番号0043~0044、0048~0049および0051~0052の合成例1~3)を参照して調製することができる。

セルロースアセテートの粘度平均重合度(DP)は、250以上であることが



好ましく、290以上であることがさらに好ましい。

また、セルロースアセテートは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによるMw/Mn (Mwは質量平均分子量、Mnは数平均分子量)の分子量分布が狭いことが好ましい。具体的なMw/Mnの値としては、1.00乃至1.70であることが好ましく、1.30乃至1.65であることがさらに好ましく、1.40乃至1.60であることが最も好ましい。

# (レターデーション上昇剤)

ポリマーフイルムのレターデーションを調整するため、少なくとも二つの芳香 族環を有する芳香族化合物をレターデーション上昇剤として使用することができ る。

芳香族化合物は、ポリマー100質量部に対して、0.01乃至20質量部の 範囲で使用する。芳香族化合物は、ポリマー100質量部に対して、0.05乃 至15質量部の範囲で使用することが好ましく、0.1乃至10質量部の範囲で 使用することがさらに好ましい。二種類以上の芳香族化合物を併用してもよい。

芳香族化合物の芳香族環には、芳香族炭化水素環に加えて、芳香族性ヘテロ環を含む。

芳香族炭化水素環は、6 員環(すなわち、ベンゼン環)であることが特に好ま しい。

芳香族性へテロ環は一般に、不飽和ヘテロ環である。芳香族性ヘテロ環は、5 員環、6員環または7員環であることが好ましく、5員環または6員環であるこ とがさらに好ましい。芳香族性ヘテロ環は一般に、最多の二重結合を有する。ヘ テロ原子としては、窒素原子、酸素原子および硫黄原子が好ましく、窒素原子が 特に好ましい。芳香族性ヘテロ環の例には、フラン環、チオフェン環、ピロール 環、オキサゾール環、イソオキサゾール環、チアゾール環、イソチアゾール環、 イミダゾール環、ピラゾール環、フラザン環、トリアゾール環、ピラン環、ピリ ジン環、ピリダジン環、ピリミジン環、ピラジン環および1,3,5ートリアジ ン環が含まれる。

芳香族環としては、ベンゼン環、フラン環、チオフェン環、ピロール環、オキ



サゾール環、チアゾール環、イミダゾール環、トリアゾール環、ピリジン環、ピリミジン環、ピラジン環および1,3,5-トリアジン環が好ましく、ベンゼン環および1,3,5-トリアジン環がさらに好ましい。

芳香族化合物は、少なくとも一つの1,3,5-トリアジン環を有することが 特に好ましい。

芳香族化合物が有する芳香族環の数は、2乃至20であることが好ましく、2 乃至12であることがより好ましく、2乃至8であることがさらに好ましく、2 乃至6であることが最も好ましい。

二つの芳香族環の結合関係は、(a)縮合環を形成する場合、(b)単結合で直結する場合および(c)連結基を介して結合する場合に分類できる(芳香族環のため、スピロ結合は形成できない)。結合関係は、(a)~(c)のいずれでもよい。

- (a)の縮合環(二つ以上の芳香族環の縮合環)の例には、インデン環、ナフタレン環、アズレン環、フルオレン環、フェナントレン環、アントラセン環、アセナフチレン環、ナフタセン環、ピレン環、インドール環、イソインドール環、ベングフラン環、ベングチオフェン環、インドリジン環、ベングオキサゾール環、ベングチアゾール環、ベングイミダゾール環、ベングトリアゾール環、プリン環、インダゾール環、クロメン環、キノリン環、イソキノリン環、キノリジン環、キナゾリン環、シンノリン環、キノキサリン環、フタラジン環、プテリジン環、カルバゾール環、アクリジン環、フェナントリジン環、キサンテン環、フェナジン環、フェノチアジン環、フェノキサチイン環、フェノキサジン環およびチアントレン環が含まれる。ナフタレン環、アズレン環、インドール環、ベンゾオキサゾール環、ベングチアゾール環、ベンゾイミダゾール環、ベングトリアゾール環およびキノリン環が好ましい。
- (b)の単結合は、二つの芳香族環の炭素原子間の結合であることが好ましい。二以上の単結合で二つの芳香族環を結合して、二つの芳香族環の間に脂肪族環または非芳香族性複素環を形成してもよい。
- (c)の連結基も、二つの芳香族環の炭素原子と結合することが好ましい。連結基は、アルキレン基、アルケニレン基、アルキニレン基、一CO一、一O一、



-NH-、-S-またはそれらの組み合わせであることが好ましい。組み合わせからなる連結基の例を以下に示す。なお、以下の連結基の例の左右の関係は、逆になってもよい。

- c1:-CO-O-
- c2:-CO-NH-
- c3:-アルキレン-O-
- c4:-NH-CO-NH-
- c5:-NH-CO-O-
- c6: -O-CO-O-
- c7:-O-アルキレン-O-
- c8:-CO-アルケニレン-
- c9:-CO-アルケニレン-NH-
- c10:-CO-アルケニレン-O-
- c11:-アルキレン-CO-O-アルキレン-O-CO-アルキレン-
- c12:-O-アルキレン-CO-O-アルキレン-O-CO-アルキレン-O-
- c13:-O-CO-アルキレン-CO-O-
- c14:-NH-CO-アルケニレン-
- c15:-O-CO-アルケニレン-

芳香族環および連結基は、置換基を有していてもよい。

置換基の例には、ハロゲン原子(F、C1、Br、I)、ヒドロキシル、カルボキシル、シアノ、アミノ、ニトロ、スルホ、カルバモイル、スルファモイル、ウレイド、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、脂肪族アシル基、脂肪族アシルオキシ基、アルコキシカルボニル基、アルコキシカルボニルスルホニル基、脂肪族アミド基、脂肪族スルホンアミド基、脂肪族置換アミノ基、脂肪族置換カルバモイル基、脂肪族置換スルファモイル基、脂肪族置換ウレイド基および非芳香族性複素環基が含まれる。

アルキル基の炭素原子数は、1万至8であることが好ましい。環状アルキル基 よりも鎖状アルキル基の方が好ましく、直鎖状アルキル基が特に好ましい。アル キル基は、さらに置換基(例、ヒドロキシ、カルボキシ、アルコキシ基、アルキル置換アミノ基)を有していてもよい。アルキル基の(置換アルキル基を含む)例には、メチル、エチル、nーブチル、nーヘキシル、2ーヒドロキシエチル、4ーカルボキシブチル、2ーメトキシエチルおよび2ージエチルアミノエチルが含まれる。

アルケニル基の炭素原子数は、2万至8であることが好ましい。環状アルケニル基よりも鎖状アルケニル基の方が好ましく、直鎖状アルケニル基が特に好ましい。アルケニル基は、さらに置換基を有していてもよい。アルケニル基の例には、ビニル、アリルおよび1-ヘキセニルが含まれる。

アルキニル基の炭素原子数は、2万至8であることが好ましい。環状アルキケニル基よりも鎖状アルキニル基の方が好ましく、直鎖状アルキニル基が特に好ましい。アルキニル基は、さらに置換基を有していてもよい。アルキニル基の例には、エチニル、1ープチニルおよび1ーヘキシニルが含まれる。

脂肪族アシル基の炭素原子数は、1万至10であることが好ましい。脂肪族ア シル基の例には、アセチル、プロパノイルおよびブタノイルが含まれる。

脂肪族アシルオキシ基の炭素原子数は、1乃至10であることが好ましい。脂肪族アシルオキシ基の例には、アセトキシが含まれる。

アルコキシ基の炭素原子数は、1万至8であることが好ましい。アルコキシ基は、さらに置換基(例、アルコキシ基)を有していてもよい。アルコキシ基の(置換アルコキシ基を含む)例には、メトキシ、エトキシ、ブトキシおよびメトキシエトキシが含まれる。

アルコキシカルボニル基の炭素原子数は、2万至10であることが好ましい。 アルコキシカルボニル基の例には、メトキシカルボニルおよびエトキシカルボニ ルが含まれる。

アルコキシカルボニルアミノ基の炭素原子数は、2万至10であることが好ましい。アルコキシカルボニルアミノ基の例には、メトキシカルボニルアミノおよびエトキシカルボニルアミノが含まれる。

アルキルチオ基の炭素原子数は、1万至12であることが好ましい。アルキル チオ基の例には、メチルチオ、エチルチオおよびオクチルチオが含まれる。



アルキルスルホニル基の炭素原子数は、1.乃至8であることが好ましい。アルキルスルホニル基の例には、メタンスルホニルおよびエタンスルホニルが含まれる。

、脂肪族アミド基の炭素原子数は、1乃至10であることが好ましい。脂肪族アミド基の例には、アセトアミドが含まれる。

脂肪族スルホンアミド基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。脂肪族スルホンアミド基の例には、メタンスルホンアミド、ブタンスルホンアミドおよびn-オクタンスルホンアミドが含まれる。

脂肪族置換アミノ基の炭素原子数は、1万至10であることが好ましい。脂肪 族置換アミノ基の例には、ジメチルアミノ、ジエチルアミノおよび2-カルボキ シエチルアミノが含まれる。

脂肪族置換カルバモイル基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。 。脂肪族置換カルバモイル基の例には、メチルカルバモイルおよびジエチルカル バモイルが含まれる。

脂肪族置換スルファモイル基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。脂肪族置換スルファモイル基の例には、メチルスルファモイルおよびジエチルスルファモイルが含まれる。

脂肪族置換ウレイド基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。脂肪族置換ウレイド基の例には、メチルウレイドが含まれる。

非芳香族性複素環基の例には、ピペリジノおよびモルホリノが含まれる。

レターデーション上昇剤の分子量は、300乃至800であることが好ましいレターデーション上昇剤については、特開2000-111914号、同200-275434号の各公報およびPCT/JP00/02619号明細書に記載がある。

### (ポリマーフイルムの製造)

ソルベントキャスト法によりポリマーフイルムを製造することが好ましい。ソルベントキャスト法では、ポリマーを有機溶媒に溶解した溶液 (ドープ) を用いてフイルムを製造する。



有機溶媒は、炭素原子数が3乃至12のエーテル、炭素原子数が3乃至12のケトン、炭素原子数が3乃至12のエステルおよび炭素原子数が1乃至6のハロゲン化炭化水素から選ばれる溶媒を含むことが好ましい。

エーテル、ケトンおよびエステルは、環状構造を有していてもよい。エーテル、ケトンおよびエステルの官能基(すなわち、一〇一、一〇〇一および一〇〇〇一)のいずれかを二つ以上有する化合物も、有機溶媒として用いることができる。有機溶媒は、アルコール性水酸基のような他の官能基を有していてもよい。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の場合、その炭素原子数は、いずれかの官能基を有する化合物の規定範囲内であればよい。

炭素原子数が3万至12のエーテル類の例には、ジイソプロピルエーテル、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、1,4-ジオキサン、1,3-ジオキソラン、テトラヒドロフラン、アニソールおよびフェネトールが含まれる。

炭素原子数が3乃至12のケトン類の例には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノンおよびメチルシクロヘキサノンが含まれる。

炭素原子数が3万至12のエステル類の例には、エチルホルメート、プロピルホルメート、ペンチルホルメート、メチルアセテート、エチルアセテートおよびペンチルアセテートが含まれる。

二種類以上の官能基を有する有機溶媒の例には、2-エトキシエチルアセテート、2-メトキシエタノールおよび2-ブトキシエタノールが含まれる。

ハロゲン化炭化水素の炭素原子数は、1または2であることが好ましく、1であることが最も好ましい。ハロゲン化炭化水素のハロゲンは、塩素であることが好ましい。ハロゲン化炭化水素の水素原子が、ハロゲンに置換されている割合は、25万至75モル%であることが好ましく、30万至70モル%であることがより好ましく、35万至65モル%であることがさらに好ましく、40万至60モル%であることが最も好ましい。メチレンクロリドが、代表的なハロゲン化炭化水素である。

なお、技術的には、メチレンクロリドのようなハロゲン化炭化水素は問題なく 使用できるが、地球環境や作業環境の観点では、有機溶媒はハロゲン化炭化水素



を実質的に含まないことが好ましい。「実質的に含まない」とは、有機溶媒中の ハロゲン化炭化水素の割合が5質量%未満(好ましくは2質量%未満)であるこ とを意味する。また、製造したポリマーフイルムから、メチレンクロリドのよう なハロゲン化炭化水素が全く検出されないことが好ましい。

- 二種類以上の有機溶媒を混合して用いてもよい。
- 一般的な方法でポリマー溶液を調製できる。一般的な方法とは、0℃以上の温度(常温または高温)で、処理することを意味する。溶液の調製は、通常のソルベントキャスト法におけるドープの調製方法および装置を用いて実施することができる。なお、一般的な方法の場合は、有機溶媒としてハロゲン化炭化水素(特にメチレンクロリド)を用いることが好ましい。

ポリマーの量は、得られる溶液中に10万至40質量%含まれるように調整する。ポリマーの量は、10万至30質量%であることがさらに好ましい。有機溶媒(主溶媒)中には、後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

溶液は、常温(0乃至40℃)でポリマーと有機溶媒とを攪拌することにより調製することができる。高濃度の溶液は、加圧および加熱条件下で攪拌してもよい。具体的には、ポリマーと有機溶媒とを加圧容器に入れて密閉し、加圧下で溶媒の常温における沸点以上、かつ溶媒が沸騰しない範囲の温度に加熱しながら攪拌する。加熱温度は、通常は40℃以上であり、好ましくは60乃至200℃であり、さらに好ましくは80乃至110℃である。

各成分は予め粗混合してから容器に入れてもよい。また、順次容器に投入して もよい。容器は攪拌できるように構成されている必要がある。窒素ガス等の不活 性気体を注入して容器を加圧することができる。また、加熱による溶媒の蒸気圧 の上昇を利用してもよい。あるいは、容器を密閉後、各成分を圧力下で添加して もよい。

加熱する場合、容器の外部より加熱することが好ましい。例えば、ジャケット タイプの加熱装置を用いることができる。また、容器の外部にプレートヒーター を設け、配管して液体を循環させることにより容器全体を加熱することもできる

容器内部に攪拌翼を設けて、これを用いて攪拌することが好ましい。攪拌翼は

、容器の壁付近に達する長さのものが好ましい。攪拌翼の末端には、容器の壁の 液膜を更新するため、掻取翼を設けることが好ましい。

容器には、圧力計、温度計等の計器類を設置してもよい。容器内で各成分を溶剤中に溶解する。調製したドープは冷却後容器から取り出すか、あるいは、取り出した後、熱交換器等を用いて冷却する。

ポリマー溶液(ドープ)は、冷却溶解法に従い調製することもできる。

冷却溶解法では、室温近辺の温度(-10~40℃)で有機溶媒中にポリマーを撹拌しながら徐々に添加する。複数の溶媒を用いる場合は、その添加順は特に限定されない。例えば、主溶媒中にポリマーを添加した後に、他の溶媒(例えばアルコールなどのゲル化溶媒など)を添加してもよい。逆にゲル化溶媒を予めポリマーに湿らせた後の主溶媒を加えてもよく、不均一溶解の防止に有効である。ポリマーの量は、この混合物中に10~40質量%含まれるように調整することが好ましい。ポリマーの量は、10~30質量%であることがさらに好ましい。さらに、混合物中には後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

次に、混合物は $-100\sim-10\%$ (好ましくは $-80\sim-10\%$ 、さらに好ましくは $-50\sim-20\%$ 、最も好ましくは $-50\sim-30\%$ )に冷却される。冷却は、例えば、ドライアイス・メタノール浴(-75%)や冷却したジェチレングリコール溶液( $-30\sim-20\%$ )中で実施できる。このように冷却すると、ポリマーと有機溶媒の混合物は固化する。バッチ式での冷却の場合、冷却に伴いポリマー溶液の粘度が上がり、冷却効率が低下するため、所定の冷却温度に達するために効率よい溶解釜を用いる。

また、ポリマーを溶媒で膨潤させたあと、所定の温度に冷却した冷却装置内を短時間で移送してもよい。冷却速度は、速いほど好ましいが、10000C/秒が理論的な上限であり、1000C/秒が技術的な上限であり、そして100C/秒が実用的な上限である。なお、冷却速度は、冷却を開始する時の温度と最終的な冷却温度との差を冷却を開始してから最終的な冷却温度に達するまでの時間で割った値である。さらに、これを $0\sim200$ C(好ましくは $0\sim150$ C、さらに好ましくは $0\sim120$ C、最も好ましくは $0\sim50$ C)に加温すると、有機溶媒中にポリマーが流動する溶液となる。昇温は、室温中に放置するだけでもよ

し、温浴中で加温してもよい。

以上のようにして、均一な溶液が得られる。なお、溶解が不充分である場合は 冷却、加温の操作を繰り返してもよい。溶解が充分であるかどうかは、目視によ り溶液の外観を観察するだけで判断することができる。

冷却溶解法においては、冷却時の結露による水分混入を避けるため、密閉容器を用いることが望ましい。また、冷却加温操作において、冷却時に加圧し、加温時の減圧すると、溶解時間を短縮することができる。加圧および減圧を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。

なお、セルロースアセテート(酢化度:60.9%、粘度平均重合度:299)を冷却溶解法によりメチルアセテート中に溶解した20質量%の溶液は、示差走査熱量測定(DSC)によると、33℃近傍にゾル状態とゲル状態との疑似相転移点が存在し、この温度以下では均一なゲル状態となる。従って、この溶液は疑似相転移温度以上、好ましくはゲル相転移温度プラス10℃程度の温度で保存する必要がある。ただし、この疑似相転移温度は、セルロースアセテートの酢化度、粘度平均重合度、溶液濃度や使用する有機溶媒により異なる。

調製したポリマー溶液(ドープ)から、ソルベントキャスト法によりポリマーフイルムを製造する。またドープに、前記のレターデーション上昇剤を添加することが好ましい。

ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフイルムを形成する。流延前のドープは、固形分量が10乃至40%、より好ましくは18乃至35%となるように濃度を調整することが好ましい。ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。ソルベントキャスト法における流延および乾燥方法については、米国特許2336310号、同2367603号、同2492078号、同2492977号、同2492978号、同2607704号、同2739069号、同2739070号、英国特許640731号、同736892号の各明細書、特公昭45-4554号、同49-5614号、特開昭60-176834号、同60-203430号、同62-115035号の各公報に記載がある。

ドープは、表面温度が10℃以下のドラムまたはバンド上に流延することが好

ましい。流延してから 2 秒以上風に当てて乾燥することが好ましい。得られたフィルムをドラムまたはバンドから剥ぎ取り、さらに 1 0 0 から 1 6 0 ℃まで逐次温度を変えた高温風で乾燥して残留溶剤を蒸発させることもできる。以上の方法は、特公平 5 − 1 7 8 4 4 号公報に記載がある。この方法によると、流延から剥ぎ取りまでの時間を短縮することが可能である。この方法を実施するためには、流延時のドラムまたはバンドの表面温度においてドープがゲル化することが必要である。

得られたポリマー溶液を、支持体としての平滑なバンド上或いはドラム上に単層液として流延してもよいし、2層以上の複数のポリマー溶液を流延してもよい

複数のポリマー溶液を流延する場合、支持体の進行方向に間隔を置いて設けた 複数の流延口からポリマーを含む溶液をそれぞれ流延させて積層させながらフィ ルムを作製してもよい(例えば、特開昭61-158414号、特開平1-12 2419号、同11-198285号の各公報記載)。また、2つの流延口から ポリマー溶液を流延することによってもフイルム化することでもよい(例えば、 特公昭60-27562号、特開昭61-94724号、同61-947245 号、特開昭61-104813号、特開昭61-158413号、特開平6-1 34933号の各公報に記載)。また、高粘度ポリマー溶液の流れを低粘度のポ リマー溶液で包み込み、高粘度のポリマー溶液と低粘度のポリマー溶液とを同時 に押出すポリマーフイルム流延方法(特開昭56-162617号公報記載)も 採用できる。

さらに、2個の流延口を用いて、第一の流延口により支持体に成型したフイルムを剥ぎ取り、支持体面に接していた側に第二の流延を行なうことでより、フィルムを作製する(特公昭44-20235号公報に記載)方法も採用できる。

流延する複数のポリマー溶液は、同一の組成でもよい。複数のポリマー層に機能を持たせるために、その機能に応じたポリマー溶液を、それぞれの流延口から押出せばよい。

ポリマー溶液は、他の機能層(例えば、接着層、染料層、帯電防止層、アンチ ハレーション層、UV吸収層、偏光層など)を同時に流延することもできる。 従来の単層液では、必要なフイルム厚さにするためには高濃度で高粘度のポリマー溶液を押出すことが必要であり、その場合ポリマー溶液の安定性が悪くて固形物が発生し、ブツ故障となったり、平面性が不良であったりして問題となることが多かった。この解決として、複数のポリマー溶液を流延口から流延することにより、高粘度の溶液を同時に支持体上に押出すことができ、平面性も良化し優れた面状のフイルムが作製できるばかりでなく、濃厚なポリマー溶液を用いることで乾燥負荷の低減化が達成でき、フイルムの生産スピードを高めることができた。

ポリマーフイルムには、機械的物性を改良するため、または乾燥速度を向上するために、可塑剤を添加することができる。可塑剤としては、リン酸エステルまたはカルボン酸エステルが用いられる。リン酸エステルの例には、トリフェニルフォスフェート(TPP)およびトリクレジルホスフェート(TCP)が含まれる。カルボン酸エステルとしては、フタル酸エステルおよびクエン酸エステルが代表的である。フタル酸エステルの例には、ジメチルフタレート(DMP)、ジエチルフタレート(DEP)、ジブチルフタレート(DBP)、ジオクチルフタレート(DOP)、ジフェニルフタレート(DPP)およびジエチルへキシルフタレート(DEHP)が含まれる。クエン酸エステルの例には、Oーアセチルクエン酸トリエチル(OACTE)およびOーアセチルクエン酸トリエチル(OACTE)およびOーアセチルクエン酸トリブチル(OACTB)が含まれる。その他のカルボン酸エステルの例には、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル、種々のトリメリット酸エステルが含まれる。フタル酸エステル系可塑剤(DMP、DEP、DBP、DOP、DPP、DPP、DEHP)が好ましく用いられる。DEPおよびDPPが特に好ましい。

可塑剤の添加量は、ポリマーの量の0.1乃至25質量%であることが好ましく、1乃至20質量%であることがさらに好ましく、3乃至15質量%であることが最も好ましい。

ポリマーフイルムには、劣化防止剤(例、酸化防止剤、過酸化物分解剤、ラジカル禁止剤、金属不活性化剤、酸捕獲剤、アミン)を添加してもよい。劣化防止剤については、特開平3-199201号、同5-1907073号、同5-1

94789号、同5-271471号、同6-107854号の各公報に記載がある。劣化防止剤の添加量は、調製する溶液(ドープ)の0.01乃至1質量%であることが好ましく、0.01乃至0.2質量%であることがさらに好ましい。添加量が0.01質量%未満であると、劣化防止剤の効果がほとんど認められない。添加量が1質量%を越えると、フイルム表面への劣化防止剤のブリードアウト(滲み出し)が認められる場合がある。特に好ましい劣化防止剤の例としては、ブチル化ヒドロキシトルエン(BHT)、トリベンジルアミン(TBA)を挙げることができる。

# (ポリマーフイルムの延伸処理)

ポリマーフイルムは、さらに延伸処理によりレターデーションを調整することができる。延伸倍率は、3万至100%であることが好ましく、3万至50%であることがさらに好ましい。特に幅方向の延伸倍率は、原反幅に対し5万至40%であることが好ましく、7万至30%であることがさらに好ましい。

また、この延伸処理の条件を調整することにとり、光学補償シートの遅相軸の角度の標準偏差を小さくすることができる。延伸処理の方法に特に限定はないが、その例としてテンターによる延伸方法が挙げられる。上記のソルベントキャスト法により作製したフイルムに、テンターを用いて横延伸を実施する際に、延伸後のフイルムの状態を制御することにより、フイルム遅相軸角度の標準偏差を小さくすることができる。具体的には、テンターを用いてレターデーション値を調整する延伸処理を行い、そして延伸直後のポリマーフイルムをその状態のまま、フイルムのガラス転移温度近傍で保持することで、遅相軸角度の標準偏差を小さくすることができる。この保持の際のフイルムの温度をガラス転移温度よりも低い温度で行うと、標準偏差が大きくなってしまう。

なお、ロール間にて縦延伸を行う際に、ロール間距離を広くすると遅相軸の標準偏差を小さくできる。

延伸条件は、下記(a) $\sim$ (f)、特に(b)前熱処理と(d)後熱処理とを採用することが好ましい。

# (a) 延伸前の残留溶剤濃度



延伸開始前の残留溶剤濃度は、3万至50質量%(ポリマー、残留溶剤の和に対する残留溶剤の比率)が好ましく、5万至40質量%がさらに好ましく、7万至35質量%が最も好ましい。具体的には、ドープを流延後、乾燥が不充分(未乾燥)な状態でテンター内で延伸する。

# (b) 延伸前の熱処理(前熱処理)

延伸前に熱処理を実施することが好ましい。熱処理温度は、50乃至150℃が好ましく、60乃至140℃がさらに好ましく、70乃至130℃が最も好ましい。熱処理時間は、5秒乃至3分が好ましく、より好ましくは10秒以上2分以下、さらに好ましくは15秒以上90秒以下熱処理(前熱処理)するのが好ましい。

# (c) 延伸速度

前熱処理に引き続き、TD(幅)方向に上記倍率延伸する。延伸は $5\sim300\%$ /分、より好ましくは $10\sim200\%$ /分、さらに好ましくは $15\sim150\%$ /分で実施するのが好ましい。本発明は、このような低速で延伸することを特徴としている。 (通常のポリマーフイルム(例えばポリエステル)は500%/分以上の高速で延伸するのが一般的である。このような延伸は50%00以上50%0以下、さらに好ましくは50%0以上50%0以下、さらに好ましくは50%0以上50%0以下、さらに好ましくは50%0が好ましい。延伸にはテンターを用いてフイルム両端を把持して行なうのが好ましい。

# (d) 延伸後の熱処理(後熱処理)

延伸の後、直ちに90 C以上150 C以下、より好ましくは100 C以上145 C以下、さらに好ましくは110 C以上140 C以下で、5 秒以上3 分以下、より好ましくは10 秒以上2 分以下、さらに好ましくは15 秒以上90 秒以下で熱処理(後熱処理)するのが好ましい。

一般的な延伸製膜法では、延伸後200℃以上の温度で熱固定するのが一般的であるが、本発明ではこのような高温の熱処理を行わないことが特徴である。

#### (e) 冷却緩和

延伸後室温に冷却するが、この間にテンター幅を原反幅に対し1~10%、より好ましくは2~9%、さらに好ましくは2%以上8%以下縮め、弛緩させるの



が好ましい。冷却速度は $10\sim300$ C/分で実施するのが好ましく、より好ましくは $30\sim250$ C/分、さらに好ましくは $50\sim200$ C/分である。

# (f) 端部スリットおよびこの再利用 (再溶解)

この後、両端をスリットし巻き取るが、スリットした端部を再度溶解しドープにして再利用するのが好ましい。全ポリマー中の再溶解ポリマーの比は、10乃至90%が好ましく、20乃至80%がさらに好ましく、30乃至70%が最も好ましい。

延伸処理後のポリマーフイルムの幅は、0.5乃至3mが好ましく、0.7乃至2.5mがさらに好ましく、0.9乃至2mが最も好ましい。

厚さは40万至140μmであることが好ましく、

ポリマーフイルムの厚さは、40乃至 $140\mu$ mが好ましく、55乃至130 $\mu$ mがさらに好ましく、70乃至 $120\mu$ mが最も好ましい。

ポリマーフイルムの長さは、1 ロールあたり3 0 0 乃至6 0 0 0 mが好ましく、5 0 0 乃至5 0 0 0 mが最も好ましい。

巻き取る際には、少なくとも片端にナーリングを付与するのが好ましい。ナーリングの幅は3万至50mmが好ましく、5万至30mmがさらに好ましい。ナーリングの高さは、5万至500 $\mu$ mが好ましく、10万至200 $\mu$ mがさらに好ましい。ナーリングは片押し、あるいは両押しで実施できる。

# (ポリマーフイルムの表面処理)

ポリマーフイルムを偏光板の透明保護膜としても機能させる場合、ポリマーフイルムを表面処理することが好ましい。

表面処理としては、コロナ放電処理、グロー放電処理、火炎処理、酸処理、アルカリ処理または紫外線照射処理を実施する。酸処理またはアルカリ処理が好ましく、アルカリ処理が最も好ましい。ポリマーフイルムがセルロースアセテートフイルムである場合、酸処理またはアルカリ処理は、セルロースアセテートに対するケン化処理として機能する。

ケン化処理液の溶媒は、水または有機溶媒が好ましい。ケン化処理液を透明支

持体に塗布する場合、支持体への濡れ性が良く、支持体表面に凹凸を形成せずに面上を良好な状態に保つ溶媒を用いることが好ましい。アルコールが特に好ましい溶媒である。炭素原子数が1~5の(モノ)アルコールまたはグリコールが好ましく、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール、tーブタノールおよびエチレングリコールが好ましく、イソプロパノールが最も好ましい。アルコールと他の溶媒とを併用してもよい。他の溶媒としては水が好ましい。全溶媒中の水の割合は、50質量%以下であることが好ましく、30質量%以下であることがおましく、15質量%以下であることが最も好ましい。

界面活性剤をケン化処理液に添加してもよい。

ケン化処理液に使用するアルカリは、アルカリ金属の水酸化物であることが好ましく、水酸化カリウムまたは水酸化ナトリウムが特に好ましい。ケン化処理液のpHは、10以上であることが好ましく、12以上であることがさらに好ましい。

ケン化処理は、支持体をケン処理液に浸漬する(浸漬法)か、あるいは、ケンか処理液を支持体に塗布する(塗布法)ことにより実施する。塗布法の方が浸漬法よりも好ましい。塗布法は、浸漬法と比較して、ケン化後のロール状態におけるブロッキングを抑制できる。セルロースアセテートフイルムを延伸した場合、あるいは6位のアセチル置換率が高いセルロースアセテートの場合に、ブロッキングの抑制効果が顕著である。延伸したフイルムは、保存中に収縮しようとするため、収縮応力によりフイルムがすりあわされてブロッキングが発生しやすい。また、6位置換のアセチル基はケン化処理ではずれ易く、ケン化により生じた水酸基がブロッキングを発生させる。塗布法のケン化処理は、ケン化処理液が支持体表面にしか存在せず(浸漬法のようにフイルム内部まで浸透せず)、必要最小限の弱いケン化となり、ブロッキングを防止できる。

ケン化処理液の塗布方法としては、ディップコーティング法、カーテンコーティング法、エクストルージョンコーティング法、バーコーティング法あるいはE型コーティング法を採用できる。

ケン化処理の温度は、10℃以上80℃以下が好ましく、15℃以上60℃以

下がさらに好ましく、20℃以上40℃以下が最も好ましい。処理時間は、1秒以上5分以下が好ましく、2秒以上1分以下がさらに好ましく、3行以上30秒以下が最も好ましい。

ケン化処理後に、ケン化処理液を洗い落とす。洗浄液の温度は、30℃以上80℃以下であることが好ましく、35℃以上70℃以下であることがさらに好ましく、40℃以上65℃以下であることが最も好ましい。洗浄液は、水であることが好まし、洗浄液を塗布またはスプレーしても良い。洗浄液は、水であることが好ましく、純水であることが最も好ましい。水と他の溶媒との混合溶媒で洗浄でしてもよい。他の溶媒の割合は、50質量%以下であることが好ましく、20質量%以下であることがさらに好ましい。他の溶媒としては、炭素原子数が5以下のアルコールが好ましい。

洗浄後に、支持体を乾燥する。乾燥温度は、40℃以上200℃以下であることが好ましく、50℃以上150℃以下であることがさらに好ましく、60℃以上120℃以下であることが最も好ましい。

ケン化処理面に配向膜を形成する場合、塗布法によるケン化処理と配向膜の塗布とを連続して行うことができ、その方が工程数を削減できて好ましい。

#### (配向膜)

配向膜は、光学異方性層のディスコティック液晶性分子の配向方向を規定する 機能を有する。

配向膜は、有機化合物(好ましくはポリマー)のラビング処理、無機化合物の斜方蒸着、マイクログルーブを有する層の形成、あるいはラングミュア・ブロジェット法(LB膜)による有機化合物(例、ωートリコサン酸、ジオクタデシルメチルアンモニウムクロライド、ステアリル酸メチル)の累積のような手段で、設けることができる。さらに、電場の付与、磁場の付与あるいは光照射により、配向機能が生じる配向膜も知られている。

配向膜は、ポリマーのラビング処理により形成することが好ましい。ポリビニルアルコールが、好ましいポリマーである。疎水性基が結合している変性ポリビニルアルコールが特に好ましい。疎水性基は光学異方性層のディスコティック液

晶性分子と親和性があるため、疎水性基をポリビニルアルコールに導入することで、ディスコティック液晶性分子を均一に配向させることができる。疎水性基は、ポリビニルアルコールの主鎖末端または側鎖に結合させる。

疎水性基は、炭素原子数が6以上の脂肪族基(好ましくはアルキル基またはアルケニル基)または芳香族基が好ましい。

ポリビニルアルコールの主鎖末端に疎水性基を結合させる場合は、疎水性基と主鎖末端との間に連結基を導入することが好ましい。連結基の例には、-S-、-C (CN)  $R^1-$ 、 $-NR^2-$ 、-CS-およびそれらの組み合わせが含まれる。上記 $R^1$  および $R^2$  は、それぞれ、水素原子または炭素原子数が1 乃至6 のアルキル基(好ましくは、炭素原子数が1 乃至6 のアルキル基)である。

ポリビニルアルコールの側鎖に疎水性基を導入する場合は、ポリビニルアルコールの酢酸ビニル単位のアセチル基(-CO-CH。)の一部を、炭素原子数が7以上のアシル基(-CO-R<sup>3</sup>)に置き換えればよい。R<sup>3</sup>は、炭素原子数が6以上の脂肪族基または芳香族基である。

市販の変性ポリビニルアルコール (例、MP103、MP203、R1130、クラレ (株) 製) を用いてもよい。

配向膜に用いる(変性)ポリビニルアルコールのケン化度は、80%以上であることが好ましい。(変性)ポリビニルアルコールの重合度は、200以上であることが好ましい。

ラビング処理は、配向膜の表面を、紙や布で一定方向に、数回こすることにより実施する。長さおよび太さが均一な繊維を均一に植毛した布を用いることが好ましい。

なお、光学異方性層のディスコティック液晶性分子を配向膜を用いて配向後、 配向膜を除去しても、ディスコティック液晶性分子の配向状態を保つことができ る。すなわち、配向膜は、ディスコティック液晶性分子を配向するため楕円偏光 板の製造において必須であるが、製造された光学補償シートにおいては必須では ない。

配向膜を透明支持体と光学異方性層との間に設ける場合は、さらに下塗り層 (接着層)を透明支持体と配向膜との間に設けることが好ましい。

#### (光学異方性層)

光学異方性層はディスコティック液晶性分子から形成する。ディスコティック液晶性分子は、一般に、光学的に負の一軸性を有する。本発明の光学補償シートにおいては、ディスコティック液晶性分子は、図2に示したように、円盤面と透明支持体面とのなす角が、光学異方性層の深さ方向において変化している(ハイブリッド配向している)ことが好ましい。ディスコティック液晶性分子の光軸は、円盤面の法線方向に存在する。ディスコティック液晶性分子は、光軸方向の屈折率よりも円盤面方向の屈折率が大きな複屈折性を有する。

光学異方性層は、上記の配向膜によってディスコティック液晶性分子を配向させ、その配向状態のディスコティック液晶性分子を固定することによって形成することが好ましい。ディスコティック液晶性分子は、重合反応により固定することが好ましい。

なお、光学異方性層には、レターデーション値が0となる方向が存在しない。 言い換えると、光学異方性層のレターデーションの最小値は、0を越える値である。具体的には、光学異方性層は、下記式 (III)により定義されるReレターデーション値が10万至100nmの範囲にあり、下記式 (IV) により定義されるRthレターデーション値が40万至200nmの範囲にあり、そして、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角が20万至50°であることが好ましい。

- (III)  $Re = (nx-ny) \times d$
- (IV) Rth=  $\{ (n 2+n 3) / 2-n 1 \} \times d$

式(III)において、nxは、光学異方性層面内の遅相軸方向の屈折率であり、nyは、光学異方性層面内の進相軸方向の屈折率であり、そして、dは、光学異方性層の厚さである。

式(IV)において、n1は、光学異方性層を屈折率楕円体で近似した場合の屈 折率主値の最小値であり、n2およびn3は、光学異方性層の他の屈折率主値で あり、そして、dは、光学異方性層の厚さである。

ディスコティック液晶性分子は、様々な文献 (C. Destrade et al., Mol. Cry sr. Liq. Cryst., vol. 71, page 111 (1981);日本化学会編、季刊化学総説、



No. 22、液晶の化学、第5章、第10章第2節(1994); B. Kohne et al., A ngew. Chem. Soc. Chem. Comm., page 1794 (1985); J. Zhang et al., J. Am. Chem. Soc., vol. 116, page 2655 (1994)) に記載されている。ディスコティック液晶性分子の重合については、特開平8-27284公報に記載がある。

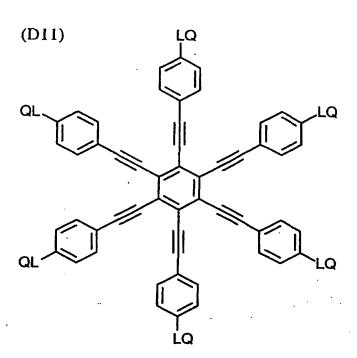
ディスコティック液晶性分子を重合により固定するためには、ディスコティック液晶性分子の円盤状コアに、置換基として重合性基を結合させる必要がある。ただし、円盤状コアに重合性基を直結させると、重合反応において配向状態を保つことが困難になる。そこで、円盤状コアと重合性基との間に、連結基を導入する。従って、重合性基を有するディスコティック液晶性分子は、下記式(V)で表わされる化合物であることが好ましい。

### (V) D (-L-Q) n

式(V)において、Dは、円盤状コアであり;Lは、二価の連結基であり;Qは、重合性基であり;そして、nは、4乃至12の整数である。

円盤状コア(D)の例を以下に示す。以下の各例において、LQ(またはQL)は、二価の連結基(L)と重合性基(Q)との組み合わせを意味する。

WO 02/46808





式(V)において、二価の連結基(L)は、アルキレン基、アルケニレン基、アリーレン基、一CO一、一NH一、一O一、一Sーおよびそれらの組み合わせからなる群より選ばれる二価の連結基であることが好ましい。二価の連結基(L)は、アルキレン基、アリーレン基、一CO一、一NH一、一O一および一Sーからなる群より選ばれる二価の基を少なくとも二つ組み合わせた二価の連結基であることがさらに好ましい。二価の連結基(L)は、アルキレン基、アリーレン基、一CO一および一O一からなる群より選ばれる二価の基を少なくとも二つ組み合わせた二価の連結基であることが最も好ましい。アルキレン基の炭素原子数は、1乃至12であることが好ましい。アルケニレン基の炭素原子数は、2乃至12であることが好まし、アリーレン基の炭素原子数は、6乃至10であることが好ましい。

二価の連結基(L)の例を以下に示す。左側が円盤状コア(D)に結合し、右側が重合性基(Q)に結合する。ALはアルキレン基またはアルケニレン基、ARはアリーレン基を意味する。なお、アルキレン基、アルケニレン基およびアリーレン基は、置換基(例、アルキル基)を有していてもよい。

$$L1:-AL-CO-O-AL-$$

$$L2:-AL-CO-O-AL-O-$$

L8:-CO-NH-AL-

L9:-NH-AL-O-

L10:-NH-AL-O-CO-

L11: -O-AL-

L12: -O-AL-O-

 $\cdot$ L13: -O-AL-O-CO-

L14: -O-AL-O-CO-NH-AL-

WO 02/46808



$$L16: -O-CO-AR-O-AL-CO-$$

$$L20: -S-AL-$$

$$L21:-S-AL-O-$$

$$L22:-S-AL-O-CO-$$

$$L23: -S-AL-S-AL-$$

$$L24: -S-AR-AL-$$

式(V)の重合性基(Q)は、重合反応の種類に応じて決定する。重合性基(Q)の例を以下に示す。

(Q1) (Q2) (Q3) (Q4)   
—CH=CH
$$_2$$
 —CH=CH-CH $_3$  —CH=CH-C $_2$ H $_5$  —CH=CH- $_7$ CH $_7$ 

(Q11) (Q12) (Q13) (Q14) (Q15) (Q16) (Q17)   
—CHO —OH —
$$CO_2H$$
 — $N=C=O$  — $NH_2$  — $SO_3H$  — $N=C=S$ 



重合性基(Q)は、不飽和重合性基(Q1 $\sim$ Q7)またはエポキシ基(Q8)であることが好ましく、不飽和重合性基であることがさらに好ましく、エチレン性不飽和重合性基(Q1 $\sim$ Q6)であることが最も好ましい。

式(V)において、nは4万至12の整数である。具体的な数字は、円盤状コア(D)の種類に応じて決定される。なお、複数のLとQの組み合わせは、異なっていてもよいが、同一であることが好ましい。

光学異方性層は、ディスコティック液晶性分子および必要に応じて重合性開始 剤や任意の成分を含む塗布液を、配向膜の上に塗布することで形成できる。

光学異方性層の厚さは、0.5乃至 $100\mu$ mであることが好ましく、0.5乃至 $30\mu$ mであることがさらに好ましい。

配向させたディスコティック液晶性分子を、配向状態を維持して固定する。固 定化は、重合反応により実施することが好ましい。重合反応には、熱重合開始剤 を用いる熱重合反応と光重合開始剤を用いる光重合反応とが含まれる。光重合反 応が好ましい。

光重合開始剤の例には、αーカルボニル化合物(米国特許2367661号、同2367670号の各明細書記載)、アシロインエーテル(米国特許2448828号明細書記載)、αー炭化水素置換芳香族アシロイン化合物(米国特許272512号明細書記載)、多核キノン化合物(米国特許3046127号、同2951758号の各明細書記載)、トリアリールイミダゾールダイマーとpーアミノフェニルケトンとの組み合わせ(米国特許3549367号明細書記載)、アクリジンおよびフェナジン化合物(特開昭60-105667号公報、米国特許4239850号明細書記載)およびオキサジアゾール化合物(米国特許4212970号明細書記載)が含まれる。

光重合開始剤の使用量は、塗布液の固形分の0.01乃至20質量%であることが好ましく、0.5乃至5質量%であることがさらに好ましい。

ディスコティック液晶性分子の重合のための光照射は、紫外線を用いることが 好ましい。

照射エネルギーは、20乃至5000mJ/cm²であることが好ましく、10070万至800mJ/cm²であることがさらに好ましい。また、光重合反応を



促進するため、加熱条件下で光照射を実施してもよい。

保護層を、光学異方性層の上に設けてもよい。

# (偏光板)

偏光板は、偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる。一方の保護膜として、本発明に従う光学補償シートを用いることができる。他方の保護膜は、通常のセルロースアセテートフイルムを用いてもよい。

偏光膜には、ヨウ素系偏光膜、二色性染料を用いる染料系偏光膜やポリエン系 偏光膜がある。ヨウ素系偏光膜および染料系偏光膜は、一般にポリビニルアルコ ール系フイルムを用いて製造する。

光学補償シートの透明支持体(ポリマーフイルム)の遅相軸と偏光膜の透過軸のなす角度は3°以下になるように配置することが好ましく、2°以下になるように配置することがさらに好ましく、1°以下になるように配置することが最も好ましい。

# (液晶表示装置)

本発明に従う光学補償シートは、、液晶表示装置、特に透過型液晶表示装置に 用いると効果が顕著である。

透過型液晶表示装置は、液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる。液晶セルは、二枚の電極基板の間に液晶を担持している。

光学補償シートは、液晶セルと一方の偏光板との間に、一枚配置するか、あるいは液晶セルと双方の偏光板との間に二枚配置する。

偏光板では、液晶セルと偏光膜との間に配置される透明保護膜として、本発明に従う光学補償シートを用いる。一方の偏光板の(液晶セルと偏光膜との間の)透明保護膜のみ本発明に従う光学補償シートを用いることもできる。双方の偏光板の(液晶セルと偏光膜との間の)二枚の透明保護膜に、本発明に従う光学補償シートを用いることもできる。

本発明に従う光学補償シートは、ベンド配向液晶セルとの組み合わせると最も 効果がある。



ベンド配向液晶セルは、セル中央部の液晶分子がねじれ配向していてもよい。

ベンド配向液晶セルでは、液晶性化合物の屈折率異方性 $\Delta$ n と、液晶セルの液晶層の厚みdとの積( $\Delta$ n  $\times$  d)は、輝度と視野角を両立させるために、100 乃至2000nmの範囲であることが好ましく、150乃至1700nmの範囲であることが最も 好ましい。

ベンド配向液晶セルは、ノーマリーホワイトモード (NWモード) またはノーマリープラックモード (NBモード) で用いることができる。

本発明に従う光学補償シートを、VAモード(n-ASMモードを含む)またはTNモードの液晶セルと組み合わせて用いることも好ましい。

VAモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に垂直に 配向している。

VAモードの液晶セルには、(1)棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に 垂直に配向させ、電圧印加時に実質的に水平に配向させる狭義のVAモードの液 晶セル (特開平2-176625および特公平7-69536号公報記載) に加 えて、(2) 視野角拡大のため、VAモードをマルチドメイン化した液晶セルが 含まれる。具体的には、MVA(SID97、Digest of tech. Papers(予稿集 )28(1997)845、SID99、Digest of tech. Papers(予稿集)3 0 (1999) 206及び特開平11-258605号公報記載)、SURVA I V A L (月刊ディスプレイ、第6巻、第3号(1999)14記載)、 P V A (As ia Display 98, Proc. of the 18th Inter. Display res. Conf .(予稿集)(1998) 383記載)、Para-A(LCD/PDP Inter national '99で発表)、DDVA (SID98、Digest of tech. Pa pers (予稿集) 29 (1998) 838記載)、EOC (SID98、Digest o f tech. Papers (予稿集) 29 (1998) 319記載)、PSHA (SID9 8、Digest of tech. Papers (予稿集) 29 (1998) 1081記載)、RF FMH (Asia Display 98, Proc. of the 18th Inter. Display res . Conf. (予稿集) (1998) 375記載)、HMD (SID98、Digest of t ech. Papers (予稿集) 29 (1998) 702記載) が含まれる。その他に (3



)棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に垂直配向させ、電圧印加時にねじれマルチドメイン配向させるモード (n-ASMモード) の液晶セル (IWD'98、Proc. of the 5th Inter. Display Workshop. (予稿集) (1998) 143記載)) も含まれる。

TNモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に水平配向し、さらに60乃至120°にねじれ配向している。

TNモードの液晶セルは、カラーTFT液晶表示装置として最も多く利用されており、多数の文献に記載がある。

# [実施例1]

(セルロースアセテート溶液の調製)

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を 溶解し、セルロースアセテート溶液を調製した。

セルロースアセテート溶液組成 	
酢化度60.9%のセルロースアセテート	100質量部
トリフェニルホスフェート (可塑剤)	7.8質量部
ビフェニルジフェニルホスフェート (可塑剤)	3. 9質量部
メチレンクロライド (第1溶媒)	3 3 6 質量部
メタノール(第2溶媒)	29質量部

# (レターデーション上昇剤溶液の調製)

別のミキシングタンクに、下記のレターデーション上昇剤16質量部、メチレンクロライド80質量部およびメタノール20質量部を投入し、加熱しながら攪拌して、レターデーション上昇剤溶液を調製した。

# レターデーション上昇剤

# (セルロースアセテートフイルムの作製)

セルロースアセテート溶液 4 7 7 質量部にレターデーション上昇剤溶液 5 2 質量部を混合し、攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート 1 0 0 質量部に対して、6.7 質量部であった。

得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。残留溶剤量が50質量%のフイルムをバンドから剥離し、130℃の条件で、残留溶剤量が40質量%のフイルムをテンターを用いて17%の延伸倍率で横延伸し、延伸後の幅のまま130℃で30秒間保持した。その後、クリップを外してセルロースアセテートフイルムを製造した。

# (光学特性の測定)

作製したセルロースアセテートフイルムについて、エリプソメーター(M-150、日本分光(株)製)を用い、波長550nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。また、自動複屈折計(KOBRA-21ADH、王子計測機器(株))で軸ずれ角度を測定した。各々の測定は幅方向に等間隔の10点で行い、平均値を求めた。さらに、遅相軸角度の標準偏差を求めた。

結果は第1表に示す。

# (熱伝導率の測定)

結果は第1表に示す。

## (セルロースアセテートフイルムのケン化処理)

セルロースアセテートフイルムを、1.5規定の水酸化ナトリウム水溶液に、55℃で2分間浸漬した。室温の水洗浴槽中で洗浄し、30℃で0.1規定の硫酸を用いて中和した。再度、室温の水洗浴槽中で洗浄し、さらに100℃の温風で乾燥した。このようにして、セルロースアセテートフイルムの表面をケン化した。

## (配向膜の形成)

ケン化処理したセルロースアセテートフイルム(透明支持体)の一方の面に、下記の組成の塗布液を#14のワイヤーバーコーターで24m1/m² 塗布した。60 $^{\circ}$ の温風で60 $^{\circ}$ 、さらに90 $^{\circ}$ の温風で150秒乾燥した。

次に、セルロースアセテートフイルム(透明支持体)の延伸方向(遅相軸とほ



ぽ一致)と45°の方向に、形成した膜にラビング処理を実施した。

配向膜塗	布液組成	
下記の変	性ポリビニルアルコール	20質量部
水		360質量部
メタノー	ル	120質量部
グルタル	アルデヒド(架橋剤)	1. 0質量部

## (光学異方性層の形成)

配向膜上に、下記のディスコティック液晶性分子41.01質量部、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート(V#360、大阪有機化学(株)製)4.06質量部、セルロースアセテートブチレート(CAB551-0.2、イーストマンケミカル社製)0.90質量部、セルロースアセテートブチレート(CAB531-1、イーストマンケミカル社製)0.23質量部、光重合開始剤(イルガキュアー907、チバガイギー社製)1.35質量部、増感剤(カヤキュアーDETX、日本化薬(株)製)0.45質量部を、102質量部のメチルエチルケトンに溶解した塗布液を、#3のワイヤーバーで塗布



した。これを金属の枠に貼り付けて、130℃の恒温槽中で2分間加熱し、ディスコティック液晶性分子を配向させた。次に、130℃で120W/cm高圧水銀灯を用いて、1分間UV照射しディスコティック液晶性分子を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。 さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角(β)も測定した。 結果は第2表に示す。

# ディスコティック液晶性分子 ·

# (楕円偏光板の作製)

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。

次に、作製した光学補償シートの透明支持体側を、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて偏光膜の片側に貼り付けた。透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸が平行になるように配置した。その結果、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.3°であった。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム(株)製)を前記と同様にケン化処理し、ポリビニルアルコール系接

着剤を用いて、偏光膜の反対側(光学補償シートを貼り付けなかった側)に貼り付けた。

このようにして、楕円偏光板を作製した。

# (ベンド配向液晶セルの作製)

ITO電極付きのガラス基板に、ポリイミド膜を配向膜として設け、配向膜に ラビング処理を行った。得られた二枚のガラス基板をラビング方向が平行となる 配置で向かい合わせ、セルギャップを  $6~\mu$  mに設定した。セルギャップに  $\Delta$  n が 0.1396 の液晶性化合物(ZLI1132、メルク社製)を注入し、ベンド 配向液晶セルを作製した。

# (液晶表示装置の作製)

作製したベンド配向セルを挟むように、作製した楕円偏光板を二枚貼り付けた 。楕円偏光板の光学異方性層がセル基板に対面し、液晶セルのラビング方向とそ れに対面する光学異方性層のラビング方向とが反平行となるように配置した。

作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧2V、黒表示電圧6Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製)を用いて、パネル面内の10カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向(セルのラビング方向と直交方向)の視野角(コントラスト比が10以上となる角度範囲)を調べた。

結果は第3表に示す。

# 「実施例2]

(セルロースアセテートフイルムの作製)

実施例1で調製したセルロースアセテート溶液477質量部に実施例1で調製したレターデーション上昇剤溶液21質量部を混合し、攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート100質量部に対して、2.8質量部であった。

得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。残留溶剤量が50質量%



のフイルムをバンドから剥離し、130℃の条件で、残留溶媒量が40質量%のフイルムをテンターを用いて20%の延伸倍率で横延伸し、延伸後の幅のまま130℃で30秒間保持した。その後、クリップを外してセルロースアセテートフイルムを製造した。

# (光学特性および熱伝導率の測定)

作製したセルロースアセテートフイルムについて、実施例1と同様に、光学特性および熱伝導率を測定した。

結果は第1表に示す。

# (セルロースアセテートフイルムのケン化処理)

セルロースアセテートフイルムの一方の面に、1.5規定水酸化カリウムのイソプロピルアルコール溶液を $25m1/m^2$  塗布し、25  $\mathbb{C}$  で 5 秒間乾燥した。流水で10 秒洗浄し、25  $\mathbb{C}$  の空気を吹き付けることでフイルムの表面を乾燥した。このようにして、セルロースアセテートフイルムの一方の表面のみをケン化した。

## (配向膜および光学異方性層の形成)

セルロースアセテートフイルムのケン化処理した側の面に、実施例1と同様に して配向膜および光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。 さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角(β)も測定した。 結果は第2表に示す。

## (楕円偏光板の作製)

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。

ケン化処理したセルロースアセテートフイルムを内側の透明保護膜として、ポ



リビニルアルコール系接着剤を用い、ケン化処理した面が偏光膜側となるように して、偏光膜の片側に貼り付けた。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム (株) 製)を実施例1と同様にケン化処理し、外側の透明保護膜として、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。

次に、光学補償シートの透明支持体側が、内側の透明保護膜と接するようにアクリル系接着剤を用いて貼り合わせ、楕円偏光板を作製した。

内側の透明保護膜の遅相軸、透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸が平行になるように配置した。その結果、透明支持体および透明保護膜の遅相軸の平均 方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°であった。

# (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は、実施例1と同様にして、液晶表示装置 を作製した。

作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧 2 V、黒表示電圧 6 Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製)を用いて、パネル面内の10カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である想定点および最小である測定点において、左右方向の視野角 (コントラスト比が10以上となる角度範囲)を調べた。

結果は、第3表に示す。

# [実施例3]

(セルロースアセテート溶液の調製)

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を 溶解し、セルロースアセテート溶液を調製した。

セルロースアセテート溶液組成

酢化度60.9%のセルロースアセテート

100質量部

トリフェニルホスフェート(可塑剤)	7.8質量部
ビフェニルジフェニルホスフェート(可塑剤)	3.9質量部
メチレンクロライド(第1溶媒)	300質量部
メタノール(第2溶媒)	5 4 質量部
1 -ブタノール(第3溶媒)	11質量部

# (レターデーション上昇剤溶液の調製)

下記の組成物を別のミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、レターデーション上昇剤溶液を調製した。

# レターデーション上昇剤溶液組成

2-ヒドロキシー4-ベンジルオキシベンゾフェノン (レターデーション上昇 剤) 12質量部

2, 4 - ベンジルオキシベンゾフェノン (レターデーション上昇剤)

4 質量部

メチレンクロライド (第1溶媒) メタノール (第2溶媒) 80質量部

20質量部

# (セルロースアセテートフイルムの作製)

セルロースアセテート溶液487質量部にレターデーション上昇剤溶液25質量部を混合し、攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート100質量部に対して、3.2質量部であった。

得られたドープを、0  $^{\circ}$  に冷却したドラム上に流延した。残留溶剤量が70 質量%のフイルムをドラムから剥ぎ取り、両端をピンテンターにて固定して乾燥した。その後、140  $^{\circ}$  の温度でロール間距離2  $^{\circ}$  加で縦延伸を行い、厚さ102  $^{\circ}$  加のセルロースアセテートフイルムを製造した。

# (下塗り層の形成)

作製したセルロースアセテートフイルムに、下記の組成の塗布液を $28m1/m^2$  塗布し、乾燥して、厚さ $0.1\mu m$ の下塗りゼラチン層を形成した。

下塗りゼラチン層塗布液組成	
ゼラチン	0.542質量部
サリチル酸	0.160質量部
アセトン(第1溶媒)	3 9. 1 質量部
メタノール(第2溶媒)	15.8質量部
メチレンクロライド(第3溶媒)	40.6質量部
水(第4溶媒)	1.2質量部

# (下塗りオーバーコート層の形成)

下塗り層の上に、下記の組成の塗布液を $7m1/m^2$  塗布し、乾燥して、下塗りオーバーコート層を形成した。

# 下塗りオーバーコート層塗布液組成0.079質量部クエン酸モノエチルエステル1.01質量部アセトン (第1溶媒)20質量部メタノール (第2溶媒)87.7質量部水 (第3溶媒)4.05質量部



# (バック層の形成)

下塗り層と反対側のフイルム面に、下記の組成の塗布液を25ml/m²塗布し、乾燥して、バック層を形成した。

# バック層塗布液組成

酢化度55%のセルロースアセテート0.656質量部平均粒径1μmのシリカ粒子 (マット剤)0.065質量部アセトン (第1溶媒)67.9質量部メタノール (第2溶媒)10.4質量部

# (光学特性および熱伝導率の測定)

作製した透明支持体について、実施例1と同様に、光学特性および熱伝導率を 測定した。

結果は第1表に示す。

# (配向膜および光学異方性層の形成)

透明支持体の下塗りオーバーコート層の上に、実施例1と同様にして配向膜および光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。 さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角 (β) も測定した。 結果は第2表に示す。

# (楕円偏光板の作製)

市販の偏光板(HLC2-5618HCS、(株)サンリッツ製)の片面に、下塗り層およびバック層を設けたセルロースアセテートフイルムを、内側の透明保護膜としてアクリル系接着剤を用いて貼り合わせた。

次に、光学補償シートの透明支持体側が、内側の透明保護膜と接するようにアクリル系接着剤を用いて貼り合わせ、楕円偏光板を作製した。

内側の透明保護膜の遅相軸、透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸が平行になるように配置した。その結果、透明支持体および透明保護膜の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.5°であった。

# (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は、実施例1と同様にして、液晶表示装置 を作製した。

作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧 2 V、黒表示電圧 6 Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、E L D I M社製)を用いて、パネル面内の 1 0 カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である想定点および最小である測定点において、左右方向の視野角 (コントラスト比が 1 0 以上となる角度範囲)を調べた。

結果は、第3表に示す。

# 「実施例4]

下記の溶媒を予め混合した溶液に、よく攪拌しつつセルローストリアセテート 粉体(平均サイズ:2mm)を徐々に添加した。

セルロースアセテート溶液組成	
酢化度60.5%のセルロースアセテート	100質量部
トリフェニルホスフェート(可塑剤)	6.8質量部
ビフェニルジフェニルホスフェート(可塑剤)	4.9質量部
酢酸メチル(第1溶媒)	2 4 0 質量部
シクロヘキサノン(第2溶媒)	100質量部
メタノール(第3溶媒)	2 5 質量部
エタノール(第4溶媒)	2 5 質量部
シリカ (粒径20nm)	0.5質量部
実施例1で用いたレターデーション上昇剤	6. 7質量部

添加後、室温(25°)にて3時間放置した。得られて不均一なゲル状溶液を、-70°にて6時間冷却した後、50°に加温し攪拌して溶液を得た。

実施例1と同様にして作製したセルロースアセテートフイルムについて、光学 特性および熱伝導率を測定した。結果は第1表に示す。

作製したセルロースアセテートフイルムを使用して、実施例1と同様にして、 鹸化処理、配向膜の形成、光学異方性層の形成を行い、光学補償シートを作製し た。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に 、光学特性および熱伝導率を測定した。

作製した光学補償シートを用いて実施例1と同様にして、楕円偏光板を作製し、さらに液晶表示装置を作製した。実施例1と同様にして、パネル面内の10箇所でコントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角を調べた。結果は第3表に示す。

# [実施例5]

下記の溶媒をを予め混合した溶液に、よく攪拌しつつセルローストリアセテート粉体を徐々に添加した。

# セルロースアセテート溶液組成

セルローストリアセテート(酢化度60.9%、置換度2.82、粘度平均重合度320、含水率0.4質量%、メチレンクロライド溶液中6質量%の粘度305mPa・s、平均粒子径1.5mmであって標準偏差0.5mmである粉体)

505mpa・s、平均位于住1.5mm(めり)、保午畑20	•	O L	HIII (0)	7 193
本)	1	0 (	)質量部	
トリフェニルホスフェート(可塑剤)		•	3.0質量	計部
ジトリメチロールプロパンテトラアセテート(可塑剤)		6	6.0質量	計部
酢酸メチル(第1溶媒)	2	9 (	O 質量部	
アセトン(第2溶媒)		2 5	5 質量部	
メタノール(第3溶媒)		2 3	5 質量部	
エタノール(第4溶媒)		2 8	5 質量部	•
ブタノール(第5溶媒)		2 5	5 質量部	
シリカ(粒径20nm、モース硬度 約7)		(	0.5質量	計部
実施例1で用いたレターデーション上昇剤		6	3. 7質量	計部
C12H25OCH2CH2O-P (=0) - (OK) 2 (剥離剤)		(	0.1質量	計部
クエン酸(剥離剤)		(	0.1質量	陪星

なお、ここで使用したセルローストリアセテートは、残存酢酸量が 0.01 質量%以下であり、Ca が 0.05 質量%、Mg は 0.007 質量%であり、さらにFe は 5ppmであった。また 6 位アセチル基は 0.95 であり全アセチル中の 32.2%であった。また、アセトン抽出分は 11 質量%、重量平均分子量と数平均分子量の比は 0.5 であり、分布の均一なものであった。また、イエローネスインデックスは 0.3 であり、ヘイズは 0.08、透明度は 93.5%であ



り、Tgは160℃、結晶化発熱量は6.2J/gであった。

実施例1と同様にして上記作製したセルロースアセテートフイルムについて、 光学特性および熱伝導率を測定した。結果は第1表に示す。

上記作製したセルロースアセテートフイルムを使用して、実施例1と同様にして、鹸化処理、配向膜の形成、光学異方性層の形成を行い、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性および熱伝導率を測定した。

作製した光学補償シートを用いて実施例1と同様にして、楕円偏光板を作製し、さらに液晶表示装置を作製した。実施例1と同様にして、パネル面内の10箇所でコントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角を調べた。結果は第3表に示す。

[実施例6]

下記の溶媒をを予め混合した溶液に、よく攪拌しつつセルローストリアセテート粉体を徐々に添加した。

セルロースアセテート溶液組成(質量部)	内層	表面層
酢化度59.5%セルロースアセテート	100	100
トリフェニルホスフェート(可塑剤)	7.8	7.8
ビフェニルジフェニルホスフェート(可塑剤)	3. 9	3. 9
酢酸メチル(第1溶媒)	306	3 2 7
シクロヘキサノン(第2溶媒)	1 2 2	131
メタノール(第3溶媒)	30.5	32.7
エタノール(第4溶媒)	30.5	32.7
シリカ(粒径20nm)	1. O	1. 0
実施例1で用いたレターデーション上昇剤	6.7	6. 7

添加後、室温 (25  $\mathbb C$ )にて 3 時間放置した。得られて不均一なゲル状溶液を $_{\sim}-70$   $\mathbb C$ にて 6 時間冷却した後、 50  $\mathbb C$ に加温し攪拌して溶液を得た。

次に得られたドープを50℃にて、絶対濾過精度0.01mmの濾紙(東洋濾紙 (株) 製、#63) でろ過しさらに絶対濾過精度0.0025mmの濾紙(ポール社製、FH025)にて濾過した。

これらのドープを三層共流延ダイを用い、その他は実施例1と同様にして作製 したセルロースアセテートフイルムについて、光学特性および熱伝導率を測定し た。結果は第1表に示す。

作製したセルロースアセテートフイルムを使用して、実施例1と同様にして、 鹸化処理、配向膜の形成、光学異方性層の形成を行い、光学補償シートを作製し た。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に 、光学特性および熱伝導率を測定した。

作製した光学補償シートを用いて実施例1と同様にして、楕円偏光板を作製し、さらに液晶表示装置を作製した。実施例1と同様にして、パネル面内の10箇所でコントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角を調べた。結果は第3表に示す。

# [比較例1]

(セルロースアセテートフイルムの作製)

実施例1で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。残留溶剤量が 50質量%のフイルムをバンドから剥離し、130℃の条件で、残留溶媒が40 質量%のフイルムをテンターを用いて17%の延伸倍率で横延伸し、延伸後の幅 のまま50℃で30秒間保持した。その後、クリップを外してセルロースアセテ ートフイルムを製造した。

# (光学特性および熱伝導率の測定)

作製したセルロースアセテートフイルムについて、実施例1と同様に、光学特性および熱伝導率を測定した。



結果は第1表に示す。

# (配向膜および光学異方性層の形成)

セルロースアセテートフイルムを実施例1と同様にケン化処理し、さらに、実施例1と同様にして配向膜および光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。

さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角(eta)も測定した。

結果は第2表に示す。

# (楕円偏光板の作製)

作製したセルロースアセテートフイルムおよび光学補償シートを用いた以外は 、実施例1と同様にして、楕円偏光板を作製した。

透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸は平行になるように配置した。その 結果、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°で あった。

# (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は、実施例1と同様にして、液晶表示装置 を作製した。

作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧2V、黒表示電圧6Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製)を用いて、パネル面内の10カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角(コントラスト比が10以上となる角度範囲)を調べた。

結果は、第3表に示す。

## [比較例2]

(セルロースアセテートフイルムの作製)

実施例2で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。残留溶剤量が50質量%のフイルムをバンドから剥離し、130℃の条件で、残留溶剤量が40質量%のフイルムをテンターを用いて17%の延伸倍率で横延伸し、延伸後の幅のまま50℃で30秒間保持した。その後、クリップを外してセルロースアセテートフイルムを製造した。

# (光学特性および熱伝導率の測定)

作製したセルロースアセテートフイルムについて、実施例1と同様に、光学特性および熱伝導率を測定した。

結果は第1表に示す。

## (配向膜および光学異方性層の形成)

セルロースアセテートフイルムを実施例2と同様にケン化処理し、さらに、実施例2と同様にして配向膜および光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。 さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角(β)も測定した。 結果は第2表に示す。

### (楕円偏光板の作製)

作製したセルロースアセテートフイルムおよび光学補償シートを用いた以外は 、実施例2と同様にして、楕円偏光板を作製した。

内側の透明保護膜の遅相軸、透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸は平行になるように配置した。その結果、透明支持体および透明保護膜の遅相軸の平均 方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.5°であった。

### (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は、実施例1と同様にして、液晶表示装置 を作製した。 作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧 2 V、黒表示電圧 6 Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製)を用いて、パネル面内の 1 0 カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角 (コントラスト比が 1 0 以上となる角度範囲)を調べた。

結果は、第3表に示す。

## [比較例3]

(セルロースアセテートフイルムの作製)

実施例3で得られたドープを、0℃に冷却したドラム上に流延した。残留溶剤量が70質量%のフイルムをドラムから剥ぎ取り、両端をピンテンターにて固定して乾燥した。その後、140℃の温度でロール間距離0.3mで縦延伸を行い、厚さ102 $\mu$ mのセルロースアセテートフイルムを製造した。

セルロースアセテートフイルム上に、実施例3と同様に、下塗り層、下塗りオーバーコート層およびバック層を設けて透明支持体を作製した。

# (光学特性および熱伝導率の測定)

作製した透明支持体について、実施例1と同様に、光学特性および熱伝導率を 測定した。

結果は第1表に示す。

### (配向膜および光学異方性層の形成)

透明支持体の下塗りオーバーコート層の上に、実施例1と同様にして配向膜および光学異方性層を形成した。

このようにして、光学補償シートを作製した。作製した光学補償シートについて、セルロースアセテートフイルムと同様に、光学特性と熱伝導率を測定した。 さらに、ディスコティック液晶性分子の平均傾斜角(β)も測定した。 結果は第2表に示す。

# (楕円偏光板の作製)

作製したセルロースアセテートフイルムおよび光学補償シートを用いた以外は 、実施例3と同様にして、楕円偏光板を作製した。

内側の透明保護膜の遅相軸、透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸は平行になるように配置した。その結果、透明支持体および透明保護膜の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°であった。

# (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は、実施例1と同様にして、液晶表示装置 を作製した。

作製した液晶表示装置の液晶セルに、白表示電圧2V、黒表示電圧6Vを印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製)を用いて、パネル面内の10カ所で正面コントラスト比を測定した。さらに、正面コントラスト比が最大である測定点および最小である測定点において、左右方向の視野角 (コントラスト比が10以上となる角度範囲)を調べた。

結果は、第3表に示す。

第1表

透明支持体	本 Re	Rth	遅相軸角度	標準偏差	熱伝導率
実施例 1	40 n m	220nm	0. 3°	0. 5°	0. 22W/m⋅°C
実施例 2	20 n m	1 1 0 n m	0.4°	0. 3°	0. 21W/m⋅°C
実施例3	17 n m	7 9 n m	0.5°	0.5°	0. 22W/m⋅°C
実施例 4	40 n m	2 2 0 n m	0.5°	0. 3°	0. 22W/m⋅°C
実施例 5	3 9 n m	2 2 2 n m	0.3°	0.5°	·0. 21W/m ·℃
実施例 6	40 n m	2 2 0 n m	0.4°	0.4°	0. 23W/m⋅°C
比較例1	4 2 n m	2 2 4 n m	0.4°	2. 7°	0. 23W/m⋅°C
比較例 2	2 1 n m	1 1 2 n m	0.5°	2. 2°	· 0. 22W/m ·℃

比較例3 18nm 80nm 0.4° 2.5° 0.21W/m·℃

第2表

光学補償シート	R e	β	Rth	熱伝導率
実施例1	3 4 n m	35.0°	80 n m	0. 24W/m⋅°C
実施例 2	35nm	35.5°	78 n m	0. 25W/m⋅°C
実施例3	3 4 n m	35.0°	80 n m	0. 24W/m⋅°C
実施例4	3 4 n m	35.0°	80 n m	0. 24W/m·℃
実施例 5	3 5 n m	35.5°	78 n m	0. 25W/m⋅°C
実施例 6	3 4 n m	35.0°	80 n m	0. 23W/m⋅°C
比較例1	3 3 n m	36.0°	76 n m	0. 24W/m·℃
比較例 2	3 4 n m	35.0°	80 n m	0. 23W/m·℃
比較例3	3 5 n m	35.0°	7 9 n m	0. 23W/m⋅°C

第3表

液晶表示装置		正面コントラスト比		視野	角
		最大値	最小値	最大	最小
	実施例1	270	200	160°	1 4 0°
,	実施例 2	250	200	160°	150°
1	実施例3	260	190	160°	145°
	実施例4	280	210	160°	150°
	実施例 5	290	200	160°	140°
	実施例 6	270	200	160°	140°



比較例1	270	2 5	160°	30°
比較例 2	2 4 2	5 0	160°	40°
比較例3	2 5 5	4 0	160°	35°

# [実施例7]

(セルロースアセテート溶液の調製)

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を 溶解し、セルロースアセテート溶液を調製した。なお、全セルロースアセテート 中に再溶解セルロースアセテートを30質量%用いた。

### セルロースアセテート溶液組成

100質量部
7.8質量部
3. 9質量部
300質量部
5 4 質量部
11質量部

# (レターデーション上昇剤溶液の調製)

別のミキシングタンクに、実施例1で用いたレターデーション上昇剤16質量部、メチレンクロライド80質量部およびメタノール20質量部を投入し、加熱しながら攪拌して、レターデーション上昇剤溶液を調製した。

## (セルロースアセテートフイルムの作製)

セルロースアセテート溶液 4 7 4 質量部にレターデーション上昇剤溶液 2 5 質量部を混合し、充分に攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添



加量は、セルロースアセテート100質量部に対して、3.5質量部であった。 得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-1(厚さ:80 $\mu$ m)を製造した。

# (Re、Rthの測定)

作製したポリマーフイルムについて、エリプソメーター(M-150、日本分光(株)製)を用いて、波長550nmにおけるRev レターデーション値および Rth レターデーション値を測定した。また、幅方向に沿って等間隔に10 点測定し、Re 、Rth ぞれぞれの最大値と最小値の差を各々の平均値で割り、%で表示したものをRe 、Rth のレンジとした。

結果を第5表に示す。

# (軸ズレの測定)

自動複屈折計(KOBRA-21ADH、王子計測機器(株))で軸ズレ角度 を測定した。幅方向に全幅にわたって等間隔で10点測定し、遅相軸角度の標準 偏差を求めた。

また、遅相軸角度(軸ズレ)のレンジは、幅方向全域にわたって等間隔に20 点測定し、軸ズレの絶対値の大きいほうから4点の平均と小さいほうから4点の 平均の差をとった値とした。

結果を第5表に示す。

### (破断伸度・強度の測定)

延伸方向(MD/TD両方に延伸した場合は延伸倍率の高い方)に沿って15 cm長、幅1 cmにサンプリングした。これを引張試験器を用いチャック間距離 10 cmで10mm/分で、2500% rhにおいて延伸し、破断した時の伸度、強度を求めた。

結果を第5表に示す。



## (熱収縮開始温度の測定)

高延伸倍率方向に沿って35 mm長に、低延伸倍率方向に沿って3 mm幅に裁断した。長手方向に両端を25 mm間隔でチャックした。これをTMA測定器(TA instruments社製TMA2940型Thermomechanical Analyzer)を用いて、0.0 4Nの力を加えながら30 Cから200 Cまで3 C/分で昇温しながら寸法変化を測定する。30 Cの寸法を基長とし、これから2 %収縮した温度を、収縮開始温度として求めた。

結果を第5表に示す。

### [実施例8]

実施例7で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。なお全アセチルセルロース中の再溶解アセチルセルロースの含率は50質量%とした。得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-2(厚さ:80μm)を製造した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

### 「実施例9]

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [実施例10]

実施例7で得られたセルロースアセテート溶液474質量部に、実施例7で得られたレターデーション上昇剤溶液56質量部を混合してドープを調製した。ド

ープは、セルロースアセテート100質量部に対して、レターデーション上昇剤7.8質量部を含む。なお全アセチルセルロース中の再溶解アセチルセルロースの含率は10質量%とした。得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-4(厚さ:80 $\mu$ m)を製造した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [比較例4]

2, 2  $^{\prime}$   $^{\prime}$ 

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [比較例5]

ノルボルネン樹脂(商品名「ARTON」、JSR(株)製)100質量部と可塑剤(フタル酸ジエチル)5質量部を、トルエンに溶解して、25質量%溶液を得た。溶液を真空脱泡し、ドープを得た。ドープをバンド上に流延した後、第4表に示す条件で延伸し、ARTONフイルムAR-1(厚さ:65 $\mu$ m)を製造した。縦延伸は2本のチャッキングロールの速度差で制御し、横延伸はテンターの幅で制御した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

### [比較例6]

実施例7で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。なお全アセチルセルロース中の再溶解アセチルセルロースの含率は0質量%とした。得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセ



ルロースアセテートフイルムTAC-5 (厚さ:80μm)を製造した。 フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [比較例7]

実施例7で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。なお全アセチルセルロース中の再溶解アセチルセルロースの含率は0質量%とした。得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-6(厚さ:80μm)を製造した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [比較例8]

実施例9で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-7(厚さ: $80\mu m$ )を製造した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

### [比較例9]

実施例9で得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。これを第4表に示す条件で延伸しセルロースアセテートフイルムTAC-8(厚さ:80 $\mu m$ )を製造した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

### [比較例10]

比較例4と同じドープをバンド上に流延し、第4表に示す条件で延伸し、ポリカーボネートフイルムPC-2(厚さ:100 $\mu$ m)を製造した。縦延伸は2本のチャッキングロールの速度差で制御し、横延伸はテンターの幅で制御した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

# [比較例11]

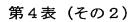


比較例5と同じドープをバンド上に流延し、120℃で10分間乾燥後にはぎ取り、第4表に示す条件で延伸し、ARTONフイルムAR-2(厚さ: $65\mu$ m)を製造した。を製造した。縦延伸は2本のチャッキングロールの速度差で制御し、横延伸はテンターの幅で制御した。

フイルムの物性を実施例7と同様に測定した。結果を第5表に示す。

第4表(その1)

	残留	前熱処理		延伸					
	溶剤	温度	時間	方向	速度	温度	倍率		
実施例 7	20%	110℃	3 0 秒	TD	5 0%/分	130℃	20%		
実施例8	3 5 %	70℃	60秒	TD	2 0%/分	140℃	30%		
実施例9	10%	130℃	15秒	TD	100%/分	115℃	10%		
実施例10	25%	90℃	120秒	TD	180%/分	100℃	25%		
比較例4	49%	150℃	5秒	MD	5%/分	90℃	50%		
	22%	150℃	5秒	ΤD	5%/分	90℃	3 %		
比較例 5	14%	50℃	180秒	MD	3 0 0%/分	160℃	3 %		
	4 %	50℃	180秒	TD	3 0 0%/分	160℃	50%		
比較例 6	1 %	110℃	30秒	TD	5 0%/分	130℃	20%		
比較例7	35%	前熱処理を	と実施せず	ΤD	2 0%/分	140℃	30%		
比較例8	10%	130℃	15秒	TD	5 0 0%/分	115℃	90%		
比較例 9	25%	90℃	120秒	ΤD	180%/分	100℃	25%		
比較例10	49%	150℃	5秒	MD	5 %/分	90℃	50%		
	22%	150℃	5秒	TD	5%/分	90℃	3 %		
比較例11	4 %	50℃	180秒	MD	3 0 0%/分	.160℃	3 %		
	4 %	50℃	180秒	ΤD	3 0 0%/分	160℃	50%		



フイルム	延伸方向	後熱処理温度	後熱処理時間	冷却緩和率	冷却緩和速度
実施例 7	TD	. 130℃	3 0 秒	4 %	6 0℃/分
実施例8	TD	145℃	15秒	2 %	1 2 0℃/分
実施例 9	TD	100℃	6 0 秒	6 %	3 0℃/分
実施例10	TD	115℃	'100秒	8 %	180℃/分
比較例4	MD	90℃	180秒	10%	10℃/分
	TD	90℃	180秒	10%	1 0℃/分
比較例5	MD .	150℃	5秒	1 %	300℃/分
	ΤD	150℃	5秒	1 %	300℃/分
比較例6	TD	130℃	3 0秒	4 %	6 0℃/分
比較例7	TD	145℃	15秒	2 %	1 2 0℃/分
比較例8	TD	100℃	6 0 秒	6 %	30℃/分
比較例 9	TD	後熱処理を	実施せず	8 %	180℃/分
比較例10	MD	90°C	180秒	15%	5℃/分
	TD	90℃	180秒	15%	5℃/分
比較例11	MD	150℃	5秒	0 %	5 0 0℃/分
	TD	150℃	5秒	0 %	500℃/分
				•	

第5表 (その1)

	フイルム	破断強度	破断伸度	標準偏差	軸ズレレンジ
実施例 7	TAC-1	16kg/mm²	25%	0.5°	0.8°
実施例8	TAC-2	$1.4 \text{ kg/mm}^2$	15%	0.8°	2. 0°
実施例 9	TAC-3	18 k g/mm²	30%	0.3°	0.4°

実施例10	TAC-4	$15 \mathrm{kg/mm^2}$	20%	1.	2°	1. 2°
比較例4	PC - 1	$1.1 \text{ kg/mm}^2$	30%	3.	0°	4.8°
比較例5	AR-1	20 k ġ/mm²	10%	2.	0°	3. 3°
比較例6	TAC-5	$9 \text{ kg/mm}^2$	7 %	5.	0°	7.6°
比較例7	TAC-6	$8 \text{ kg/mm}^2$	6 %	8.	0°	9. 3°
比較例8	TAC-7	$6 \text{ kg/mm}^2$	3 %	7.	5°	8. 3°
比較例 9	TAC-8	$7 \text{ kg/mm}^2$	5 %	11.	0°	15.2°
比較例10	PC-2	$7 \text{ kg/mm}^2$	5 5 %	12.	0°	12.3°
比較例11	AR-2	$22 \text{ kg/mm}^2$	3 %	11.	8°	18.9°

第5表 (その2)

		R e	R e		R th	
	フイルム	平均	レンジ	平均	レンジ	開始温度
実施例7	TAC-1	25 n m	3 %	1 1 0 n m	5 %	150℃
実施例8	TAC-2	3 5 n m	5 %	180 n m	6 %	140℃
実施例9	TAC-3	1 5 n m	1 %	90nm	3 %	160℃
実施例10	TAC-4	20 n m	2 %	80 n m	1 %	170℃
比較例4	PC-1	68 n m	9 %	3 8 0 n m	9 %	190℃
比較例5	AR-1	4 5 n m	7 %	2 5 5 n m	8 %	130℃
比較例 6	TAC-5	3 7 n m	12%	3 0 0 n m	15%	120℃
比較例7	$T\dot{A}C-6$	7 7 n m	16%	3 4 0 n m	25%	115℃
比較例8	TAC-7	8 5 n m	18%	450nm	22%	110℃
比較例9	TAC-8	80 n m	20%	4 2 0 n m	26%	110℃
比較例10	PC - 2	90 n m	30%	470nm	29%	200℃
比較例11	AR-2	1 0 0 n m	3 7 %	550 nm	3 1 %	200℃



#### [実施例11]

実施例7で作製したセルロースアセテートフイルムTAC-1を使用した以外は、実施例1と同様にケン化処理、配向膜の形成、光学異方性層の形成を行い、光学補償シートを作製した。さらに、実施例1と同様に偏光膜を用いて、楕円偏光板および液晶表示装置を作製した。TAC-1と偏光膜の長手方向が平行になる様に貼り付けたため、TAC-1の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.5°であった。

## [実施例12]

実施例8で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-2の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は0.3°であった。

## [実施例13]

実施例9で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-3の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は1.0°であった。

#### [実施例14]

実施例10で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例11と同様にして、偏光板を作製した。TAC-4の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°であった。

#### [比較例12]

比較例6で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-5の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は0.5°であった。

# [比較例13]

比較例7で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-6の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は3.9°であった。

# [比較例14]

比較例8で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-7の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は0.2°であった。

#### [比較例15]

比較例9で作製したセルロースアセテートフイルムを用いた以外は、実施例1 1と同様にして、偏光板を作製した。TAC-8の遅相軸の平均方向と偏光膜の 透過軸のなす角度は4.2°であった。

# [比較例16]

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。比較例4で作製したポリカーボネートフイルムPC-1を、アクリル系接着剤を用いて、偏光膜の片側に貼り付けた。PC-1と偏光膜の長手方向が平行になる様に貼り付けたため、PC-1の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0. 4° であった。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム(株)製)をケン化処理し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。このようにして偏光板を作製した。

#### [比較例17]

比較例10で作製したポリカーボネートフイルムを用いた以外は、比較例16 と同様にして、偏光板を作製した。PC-2の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過 軸のなす角度は4.0°であった。



#### [比較例18]

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。実施例11で作製したARTONフイルムAR-1を、アクリル系接着剤を用いて、偏光膜の片側に貼り付けた。AR-1と偏光膜の長手方向が平行になる様に貼り付けたため、AR-1の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.3°であった。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム(株)製)をケン化処理し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。このようにして偏光板を作製した。

### [比較例19]

比較例11で作製したARTONフイルムを用いた以外は、比較例18と同様にして、偏光板を作製した。AR-2の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は $3.1^\circ$ であった。

#### [実施例15]

#### (透明支持体の作製)

実施例 7 で調製したセルロースアセテート溶液 4 7 7 質量部に、実施例 7 で調製したレターデーション上昇剤溶液 5 2 質量部を混合してドープを調製した。セルロースアセテート 1 0 0 質量部に対し、レターデーション上昇剤 6.7 質量部の割合である。全アセチルセルロース中、再溶解アセチルセルロースを 4 0 質量%使用した。ドープを流延して、セルロースアセテートフイルムを作製した。作製したフイルムを第 6 表に記載の条件で延伸した。

作製した支持体の物性を第5表と同様に測定した。結果を第7表に示す。

#### (セルロースアセテートフイルムの鹸化処理)

作製したセルロースアセテートフイルム(透明支持体) TAC-9を、規定濃度1.5Nの水酸化ナトリウム水溶液(55℃)に2分間浸漬してから、室温の



水洗浴槽中で洗浄し、規定濃度 0.1 Nの硫酸(30℃)で中和し、再度、室温水洗浴槽中で洗浄し、さらに100℃の温風で乾燥した。このようにして、セルロースアセテートフイルムTAC-9の表面を鹸化処理した。

## (配向膜の形成)

酸化処理したセルロースアセテートフイルムTAC-9上に、下記の組成の塗布液を#140ワイヤーバーコーターで $24m1/m^2$  塗布した。60 % の温風で150 砂乾燥した。次に、セルロースアセテートフイルムTAC-9の延伸方向(遅相軸とほぼ一致)と45 の方向に、形成した膜にラビング処理を実施した。

## 配向膜塗布液組成

下記の変性ポリビニルアルコール

20質量部

水

360質量部

メタノール

120質量部

グルタルアルデヒド (架橋剤)

0.5質量部

変性ポリビニルアルコール

$$-(CH_2-CH)_{87.8}$$
  $-(CH_2-CH)_{12.0}$   $-(CH_2-CH)_{12.0}$   $-(CH_2-CH)_{0.2}$   $-(CH_2-CH)_{0.2}$   $-(CH_2-CH)_{0.2}$   $-(CH_2)_4$   $-(CH_2)$ 

#### (光学異方性層の形成)

光学異方性層を形成する支持体として配向膜を形成したセルロースアセテート

フイルムTAC-9を用いた。配向膜上に、実施例1で用いたディスコティック 液晶性分子41.01質量部、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート(V#360、大阪有機化学(株)製)4.06質量部、セルロースアセテートブチレート(CAB551-0.2、イーストマンケミカル社製)0.90質量部、セルロースアセテートブチレート(CAB531-1、イーストマンケミカル社製)0.23質量部、光重合開始剤(イルガキュアー907、チバガイギー社製)1.35質量部、増感剤(カヤキュアーDETX、日本化薬(株)製)0.45質量部を、102質量部のメチルエチルケトンに溶解した塗布液を、#3のワイヤーバーで塗布した。これを、130℃の恒温槽中で2分間加熱し、円盤状化合物を配向させた。次に、130℃で120W/cm高圧水銀灯を用いて、250mJ/cm²のUV光を照射し円盤状化合物を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層を形成し、光学補償シートRF-1を作製した。作製した光学補償シートについて、光学特性を測定した。結果を第10表に示す。

#### (楕円偏光板の作製)

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。作製した光学補償シートRF-1を、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の片側に貼り付けた。光学補償シートRF-1と偏光膜の長手方向が平行になる様に貼り付けたため、光学補償シートRF-1の支持体であるTAC-9の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.3°であった。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80U、富士写真フイルム(株)製)を、光学補償シートRF-1の作製と同様の方法で鹸化処理し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。このようにして楕円偏光板を作製した。

#### (ベンド配向液晶セルの作製)

ITO電極付きのガラス基板に、ポリイミド膜を配向膜として設け、配向膜に ラビング処理を行った。得られた二枚のガラス基板をラビング方向が平行となる



配置で向かい合わせ、セルギャップを  $6\mu$  mに設定した。セルギャップに  $\Delta$  n が 0. 1396の液晶性化合物(ZLI1132、メルク社製)を注入し、ベンド 配向液晶セルを作製した。

## (液晶表示装置の作製)

作製したベンド配向セルを挟むように、作製した楕円偏光板を二枚貼り付けた 。楕円偏光板の光学異方性層がセル基板に対面し、液晶セルのラビング方向とそ れに対面する光学異方性層のラビング方向とが反平行となるように配置した。

作製した液晶表示装置について、白表示電圧2V、黒表示電圧6Vを印加し、 測定機(EZ-Contrast160D、ELDIM社製)を用いて上下左右でコント ラスト比10:1が得られる最小の視野角を求め、結果を第6表に示す。併せて 、全面黒表示として暗室中で星状に輝く輝点の数、表示ムラを測定した。結果を 第9表に示す。

#### [実施例16]

#### (透明支持体の作製)

参考例1で調製したセルロースアセテート溶液477質量部に、実施例7で調製したレターデーション上昇剤溶液21質量部を混合してドープを調製した。セルロースアセテート100質量部に対し、レターデーション上昇剤2.8質量部の割合である。全アセチルセルロース中、再溶解アセチルセルロースを60質量%使用した。ドープを流延して、セルロースアセテートフイルムを作製した。作製したフイルムを第6表に記載の条件で延伸した。

作製した支持体の物性を第5表と同様に測定した。結果を第7表に示す。

#### (光学補償シートの作製)

作製したセルロースアセテートフイルム(透明支持体)TAC-10を、規定 濃度 1.5NのKOH-イソプロピルアルコール溶液を <math>25m  $1/m^2$  塗布し、 25  $\mathbb{C}$ で5 秒間乾燥させた。流水で 10 秒洗浄し、 25  $\mathbb{C}$  の空気を吹き付けることでフイルム表面を乾燥させた。このようにして、セルロースアセテートフイル

ムTAC-10の表面を鹸化処理した。

酸化処理したセルロースアセテートフイルムTAC-10上に、実施例15と 同様にして配向膜を形成し、ラビング処理を行った後に、光学異方性層を形成し 、光学補償シートRF-2を作製した。作製した光学補償シートについて、光学 特性を測定した。結果を第8表に示す。

#### (楕円偏光板の作製)

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。鹸化処理したセルロースアセテートフイルムTAC-10の鹸化処理した面を偏光膜側にして、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の片側に貼り付けた。市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80U、富士写真フイルム(株)製)を実施例15の光学補償シートRF-1の作製と同様の方法で鹸化処理し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。

さらに、作製した光学補償シートRF-2を、上記の様に偏光膜に貼り付けた セルロースアセテートフイルムTAC-10と、セルロースアセテートフイルム 側が接するようにアクリル系接着剤を用いて貼り付けた。

セルロースアセテートフイルムTAC-10および光学補償シートRF-2の支持体であるTAC-10と偏光膜の長手方向が平行になる様に貼り付けたため、TAC-10の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°であった。このようにして楕円偏光板を作製した。

#### (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は実施例15と同様にして液晶表示装置を 作製し、実施例15と同様に評価した。結果を第9表に示す。

#### [比較例30]

#### (透明支持体の作製)

実施例15で得られたドープを、130℃の条件で、テンターを用いて17%



の延伸倍率で横延伸し流延後、第6表に記載の条件で延伸した。 作製した支持体の物性を第5表と同様に測定した。結果を第7表に示す。

#### (光学補償シートの作製)

セルロースアセテートフイルムTAC-11を用いた以外は実施例15と同様にして光学補償シートRF-3を作製した。作製した光学補償シートについて、 光学特性を測定した。結果を第8表に示す。

### (楕円偏光板の作製)

光学補償シートを作製したRF-3に変えた以外は実施例15と同様にして楕円偏光板を作製した。光学補償シートRF-3の支持体であるTAC-11の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.4°であった。

#### (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は実施例15と同様にして液晶表示装置を 作製し、実施例15と同様に評価した。結果を第9表に示す。

#### [比較例31]

#### (透明支持体の作製)

実施例16で得られたドープを、130 $^{\circ}$ の条件で、テンターを用いて17%の延伸倍率で横延伸し流延後、第6表に記載の条件で延伸した。

作製した支持体の物性を第5表と同様に測定した。結果を第7表に示す。

#### (光学補償シートの作製)

セルロースアセテートフイルムTAC-12を用いた以外は実施例15と同様 にして光学補償シートRF-4を作製した。作製した光学補償シートについて、 光学特性を測定した。結果を第8表に示す。

#### (楕円偏光板の作製)

セルロースアセテートフイルムを作製したTAC-12に、光学補償シートを作製したRF-4に変えた以外は実施例15と同様にして楕円偏光板を作製した。TAC-12の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸のなす角度は0.5°であった。

# (液晶表示装置の作製)

作製した楕円偏光板を使用した以外は実施例15と同様にして液晶表示装置を 作製し、実施例15と同様に評価した。結果を第9表に示す。

第6表(その1)

	残留	残留前熱処理			<u> </u>	延伸	
	溶剤	温度	時間	方向	速度	温度	倍率
実施例15	18%	115℃	40秒	TD	6 0%/分	125℃	20%
実施例16	30%	. 90℃	45秒	ΤD	4 0%/分	130℃	18%
比較例30	1 %	110℃	30秒	TD	5 0%/分	130℃	58%
比較例31	35%	前熱処理を	実施せず	ΤD	2 0%/分	1 4 0 ℃.	2%

# 第6表 (その2)

フイルム	延伸方向	後熱処理温度	後熱処理時間	冷却緩和率	冷却緩和速度
実施例15	TD	125℃	40秒	3 %	8 0℃/分
実施例16	TD	. 130℃	25秒	2 %	7 0℃/分
比較例30	TD	後熱処理を	と実施せず	4 %	6 0℃/分
比較例31	TD	145℃	15秒	2 %	1 2 0℃/分

第7表 (その1)

	フイルム	破断強度	破断伸度	標準偏差	軸ズレレンジ
実施例15	TAC-9	18,kg/mm²	27%	0.3°	0. 5°
実施例16	TAC-10	$17 \mathrm{kg/mm^2}$	19%	0.6°	0.4°
比較例30	TAC-11	$8 \text{ kg/mm}^2$	7 %	5. 5°	7. 6°
比較例31	TAC-12	$6 \text{ kg/mm}^2$	6 %	8.6°	9.8°

# 第7表(その2)

		R e		Rt	熱収縮	
·	フイルム	平均	レンジ	平均	レンジ	開始温度
実施例15	TAC-9	22nm	2 %	120nm	3 %	155℃
実施例16	TAC-10	3 1 n m	2 %	1 3 0 n m	4 %	144℃
比較例30	TAC-11	4 9 n m	12%	4 5 0 n m	15%	120℃
比較例31	TAC-12	1 4 n m	16%	4 4 n m	15%	220℃
				•		

# 第8表

•	光学補償	R	С е	β	Rt	n	熱収縮
	シート	平均	レンジ		平均	レンジ	開始温度
		(nm)	(%)	(°)	(n m)	(%)	(℃)
実施例15	R F - 1	3 4	1	35.0	100	2	1 4 5

PCT/JP01/10585

WA	001	16809	a
wu	11 7.14	16XI))	٠

実施例16	RF-2	3 5	2	35.5	110	1	1 3 9
比較例30	RF-3	3 3	9	36.0	1 1 1	7	122
比較例31	RF-4	3 4	1 0	35.0	109	9	200

第9表

液晶表示装置	中央部最小視野角端	部最小視野角	輝点故障	表示ムラ
実施例15	1 4 5°	1 3 3°	0	0 %
実施例16	154°	1 3 5	0	0 %
比較例30	3 3.°	1 2	2 1	18%
比較例31	2 0°	1 0	3 8	19%

## [実施例17~21]

下記第10表に示す条件でセルロースアセテートを合成した。セルロースアセテートは、セルロースと無水酢酸を硫酸触媒下で酢化した後、酢酸マグネシウムを用いて所望のアセチル化度まで低下させるが、硫酸量、酢化反応時間および酢酸マグネシウム量(30質量%酢酸マグネシウム水溶液の使用量)を第10表のように変更することで、第10表に示す6位置換度のセルロースアセテートを得た。なお、その他の合成条件は、特開平11-5851号公報の合成例3と同様に実施した。

第10表

	硫酸量	酢化反応時間	酢酸マグネシウム量	6位置換度	
実施例17	7.5質量部	300分	2 5 質量部	30.5%	

実施例18	6.	5 質量部	330分	2 4 質量部	32.	2 %
実施例19	5.	5 質量部	360分	23質量部	35.	3 %
実施例20	4.	5 質量部	420分	2 2 質量部	39.	7 %
実施例21	12.	0 質量部	200分	28質量部	28.	2 %

セルロースアセテートの2位、3位および6位のアセチル置換度は、セルロースアセテートをプロピオニル化処理した後、13C-NMRによる測定によって求めることができる。測定方法については、手塚他 (carbohydr. Res. 273(1995)83-91) に記載がある。

実施例17~21で合成したセルロースアセテートは、いずれも、置換度が2.82、粘度平均重合度が320、含水率が0.4質量%、6質量%メチレンクロライド溶液の粘度が305mPa・s、フレークの平均粒径が1.5mm、そして、粒径の標準偏差が0.5mmであった。また、セルロースアセテートは、いずれも、残存酢酸量が0.01質量%以下、Ca含率が0.05質量%以下、Fe含率が5ppm以下、そして、Mg含率が0.007質量%以下であった。さらい、セルロースアセテートは、いずれも、アセトン抽出分が11質量%、そして重量平均分子量と数平均分子量の比が0.5であった。

さらにまた、セルロースアセテートは、いずれも、再溶解セルロースアセテートの含率を30質量%となるように調整した。

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を 溶解し、セルロースアセテート溶液を調製した。

セルロー	スアセテー	ート溶液組	成

セルロースアセテート 酢酸メチル アセトン

20質量部

58質量部

5 質量部

メタノール 5 質量部 エタノール 5 質量部 ブタノール 5 質量部 トリフェニルホスフェート(可塑剤) 1. 2質量部 ジトリメチロールプロパンテトラアセテート(可塑剤) 1.2質量部 2, 4-ビスー (n-オクチルチオ) -6- (4-ヒドロキシー3, 5-ジー tert-ブチルアニリノ) -1, 3, 5-トリアジン (UV吸収剤)0.2質量部 2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)-5-ク ロロベンゾトリアゾール (UV吸収剤) 0.2質量部 2-(2'-1) ーピートロキシー3', 5'-1 ージー1 + ロークリー 1 - フェール 1 - フェ ロロベンゾトリアゾール(UV吸収剤) 0.2質量部 C12H25OCH2 CH2 O-P (=O) - (OK) 2 (剥離剤) 0.02質量部 クエン酸(剥離剤) 0.02質量部

セルロースアセテート溶液に、実施例7で調製したレターデーション上昇剤溶液を混合して、ドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート100質量部に対して、3.5質量部であった。

0.05質量部

### (セルロースアセテートフイルムの作製)

平均粒径20nmのシリカ微粒子(モース硬度:7)

得られたドープをバンド流延機を用いて流延した。得られたフイルムを第1表に示す実施例1の延伸条件で延伸して、厚さ80 $\mu$ mのセルロースアセテートフイルムを作製した。

作製したフイルムを実施例1と同様に評価した。結果を第11表に示す。第1 3表に示されるように、6位置換度が大きい方が、破断伸度が大きく、延伸後の 白化に伴うヘイズの上昇を小さくすることができる。

第11表(その1)

	6 位置	換度	破断強度	破断伸度	標準偏差	軸ズレレンジ
実施例18 実施例19	3 2. 3 5.	2 % 3 %	17 k g/mm <sup>2</sup> 18 k g/mm <sup>2</sup> 20 k g/mm <sup>2</sup> 22 k g/mm <sup>2</sup>	30%	0. 5° 0. 5° 0. 5° 0. 5°	0.8° 0.8° 0.8°
			16kg/mm <sup>2</sup>		0. 5°	0.8°

第11表(その2)

	6位置	<b>建換度</b>	R ( 平均 1	e /ンジ		ンンジ	熱収縮 開始温度	ヘイズ (%)
実施例17	30.	5.%	2 5 n m	3 %	1 1 0 n r	n 5%	150℃	0. 5
実施例18	32.	2 %	25nm	3 %	110nr	n 5%	150℃	0.4
実施例19	35.	3 %	25nm	3 %	110nr	n 5%	150℃	0.3
実施例20	39.	7 %	25 n m	3 %	110 nr	n 5%	150℃	0.2
実施例21	28.	2 %	25 n m	3 %	1 1 0 n r	n 5%	150℃	.0.8

# (偏光板の作製)

作製したセルロースアセテートフイルムに、水酸化カリウムの1.5N (規定 濃度) イソプロパノール溶液を、 $25m1/m^2$  塗布し、25  $\mathbb{C}$  で 5 秒間保持して、ケン化処理を実施した。処理後、直ちに50  $\mathbb{C}$  の流水で10 秒洗浄し、25  $\mathbb{C}$  の空気を吹き付けることでフイルムを乾燥した。

上記の塗布法でケン化処理したセルロースアセテートフイルム3000mを、

直径30cmの巻芯に張力20kg/mで巻き付け、30℃で1月保存した。 別に、セルロースアセテートフイルムを、水酸化ナトリウムの1.5N(規定 濃度)水溶液に50℃で3分浸漬してから、水洗、中和、乾燥して、ケン化処理 した。

上記の浸漬法でケン化処理したセルロースアセテートフイルム3000mを、 直径30cmの巻芯に張力20kg/mで巻き付け、30℃で1月保存した。 それぞれのセルロースアセテートフイルムについて、ブロッキング長を調べた 。結果を第12表に示す。

第12表

		<u>偏光膜のブ</u>	ロッキング長
	6位置換度	塗布法	浸漬法
実施例17	30.5%	0 m	300m
実施例18	32.2%	0 m	400m
実施例19	35.3%	0 m	500m
実施例20	39.7%	0 m	600m
実施例21	28.2%	0 m	2 0 0 m

#### (液晶表示装置Aの作製)

上記セルロースアセテートフイルムは、実施例15のTAC-9の代わりに用いて、液晶表示装置Aを作製することができた。

## 請求の節囲

- 1. ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層および透明支持体を有する光学補償シートであって、透明支持体が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなることを特徴とする光学補償シート:
- (I)  $Re = (nx ny) \times d$
- (II) Rth= { (n x+n y) / 2-n z} × d

[式中、nxは、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、dは、透明支持体の厚さである]。

- 2. 透明支持体が、3万至100%の延伸倍率でロールフイルム形態における幅方向に延伸したポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 3. ポリマーフイルムの遅相軸角度の面内の平均値が延伸方向に対して3°以内である請求の範囲第2項に記載の光学補償シート。
- 4. 遅相軸角度のレンジが5°以下である請求の範囲第3項に記載の光学補償シート。
- 5. 透明支持体が、3乃至100%の延伸倍率でロールフイルム形態における 長手方向に延伸したポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補 償シート。
  - 6. ポリマーフイルムの遅相軸角度の面内の平均値が延伸方向に対して3°以

内である請求の範囲第5項に記載の光学補償シート。

- 7. 遅相軸角度のレンジが5°以下である請求の範囲第6項に記載の光学補償シート。
- 8. 透明支持体が、130乃至190℃の熱収縮開始温度を有するポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 9. 透明支持体が、10乃至30%の破断伸度を有するポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 10. 透明支持体が、11万至20kg/mm²の破断強度を有するポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 11. 透明支持体が、0万至10%のReレターデーション値のレンジを有するポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 12. 透明支持体が、O乃至10%のRthレターデーション値のレンジを有するポリマーフイルムからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 13. ポリマーフイルムが、セルロースアセテートからなる請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 14. セルロースアセテートが、59.0万至61.5%の酢化度を有する請求の範囲第13項に記載の光学補償シート。
- 15. セルロースアセテートが、2位の置換度および3位の置換度よりも大きな6位の置換度を有する請求の範囲第13項に記載の光学補償シート。



- 16. ポリマーフイルムが、溶液製膜法により製造されたセルロースアセテートフイルムであって、溶液製膜法で用いる溶媒が、炭素原子数2乃至12のエーテル、炭素原子数3乃至12のケトンまたは炭素原子数2乃至12のエステルを含む請求の範囲第13項に記載の光学補償シート。
- 17. ポリマーフイルムが、共流延法により製造されたセルロースアセテートフイルムである請求の範囲第13項に記載の光学補償シート。
- 18. ポリマーフイルムが、セルロースアセテートに加えて、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を含む請求の範囲第13項に記載の光学補償シート。
- 19. セルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む請求の範囲第18項に記載の光学補償シート。
- 20. 芳香族化合物が、少なくとも一つの1,3,5-トリアジン環を有する 請求の範囲第18項に記載の光学補償シート。
- 21. アルカリ溶液を塗布することにより、セルロースアセテートフイルムの 少なくとも一方の面がケン化されている請求の範囲第13項に記載の光学補償シ ート。
- 22. ディスコティック液晶性分子の円盤面の法線の透明支持体面への正射影の平均方向と透明支持体の遅相軸の平均方向との角度が実質的に45°である請求の範囲第1項に記載の光学補償シート。
- 23. 偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる偏光板であって、透明保護膜の一方が請求の範囲第1項に記載の光学補償シートであり、

さらに光学補償シートの透明支持体と偏光膜とが、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸との角度が、絶対値で3°以下になるように配置されていることを特徴とする偏光板。

24. ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であって、透明支持体が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする楕円偏光板:

- (I)  $Re = (nx-ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、nxは、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、dは、透明支持体の厚さである]。

25. ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、少なくとも一方の偏光板が、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であり、透明支持体が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特

徴とする液晶表示装置:

- (I)  $Re = (nx ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、nxは、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、dは、透明支持体の厚さである]。

- 26. ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であって、透明支持体が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする楕円偏光板:
  - (I)  $Re = (nx ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、nxは、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、dは、透明支持体の厚さである]。

- 27. 透明支持体と偏光膜との間の透明保護膜が、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明保護膜の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されている請求の範囲第26項に記載の楕円偏光板:
- (I)  $Re = (nx ny) \times d$

(II) Rth=  $\{(n x + n y) / 2 - n z\} \times d$ 

[式中、nxは、透明支持体面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、透明支持体面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、透明支持体の厚み方向の屈折率であり; そして、dは、透明支持体の厚さである]。

- 28. ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、少なくとも一方の偏光板が、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明支持体、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序、または透明支持体、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層、透明保護膜、偏光膜、そして透明保護膜の順序で設けられている楕円偏光板であり、透明支持体および透明支持体と偏光膜との間の透明保護膜が、それぞれ、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置:
- (I) Re =  $(n \times -n y) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、nxは、ポリマーフイルム面内の遅相軸方向の屈折率であり; nyは、ポリマーフイルム面内の進相軸方向の屈折率であり; nzは、ポリマーフイルムの厚み方向の屈折率であり; そして、dは、ポリマーフイルムの厚さである]。

- 29. 透明支持体と透明保護膜とが同一のポリマーフイルムである請求の範囲第28項に記載の液晶表示装置。
- 30. ベンド配向モードの液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる液晶表示装置であって、液晶セルと少なくとも一方の偏光板との間に、ディスコティック液晶性分子から形成した光学異方性層および透明支持体からな

る光学補償シートと透明保護膜とが配置されており、透明支持体および透明保護膜が、それぞれ、下記式(I)により定義されるReレターデーション値が10万至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70万至400nmの範囲にあり、そして、遅相軸角度の標準偏差が1.5°以下であるポリマーフイルムからなり、透明支持体の遅相軸の平均方向と偏光膜の透過軸とのなす角度の絶対値が3°以下になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置:

- (I)  $Re = (nx ny) \times d$
- (II) Rth=  $\{(nx+ny)/2-nz\}\times d$

[式中、 $n \times t$ 、ポリマーフイルム面内の遅相軸方向の屈折率であり;  $n \times t$  ポリマーフイルム面内の進相軸方向の屈折率であり;  $n \times t$  ポリマーフイルムの厚み方向の屈折率であり; そして、 $n \times t$  は、ポリマーフイルムの厚さである]。

31. 透明支持体と透明保護膜とが同一のポリマーフイルムである請求の範囲 第30項に記載の液晶表示装置。

図1

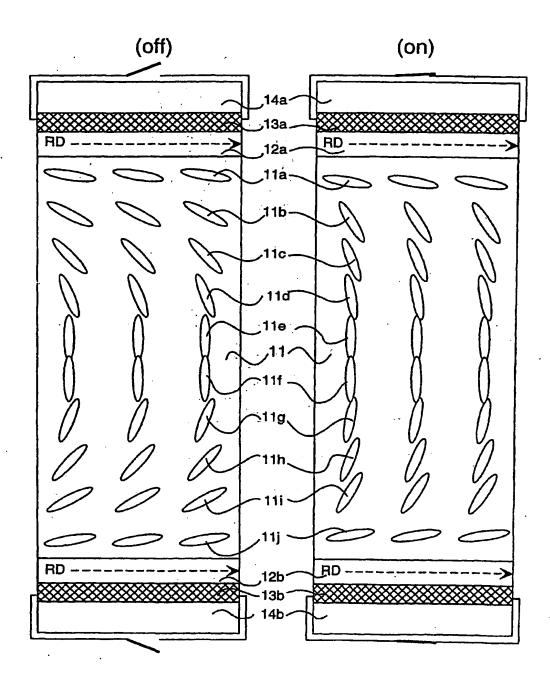
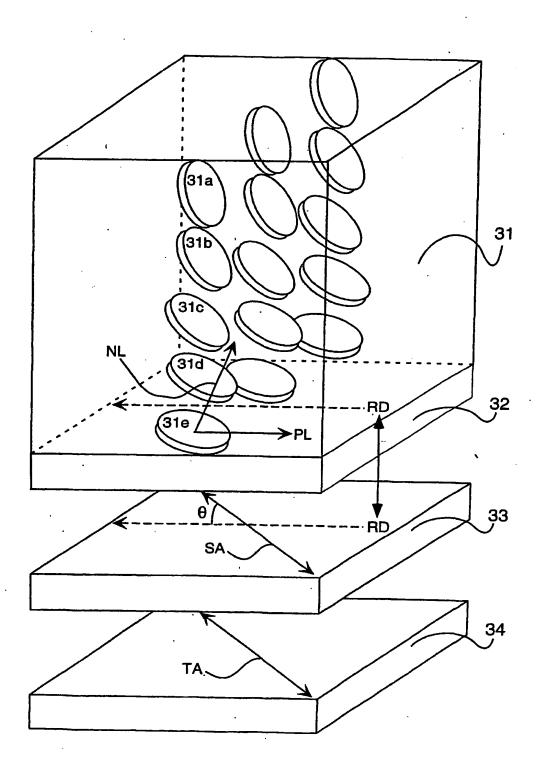
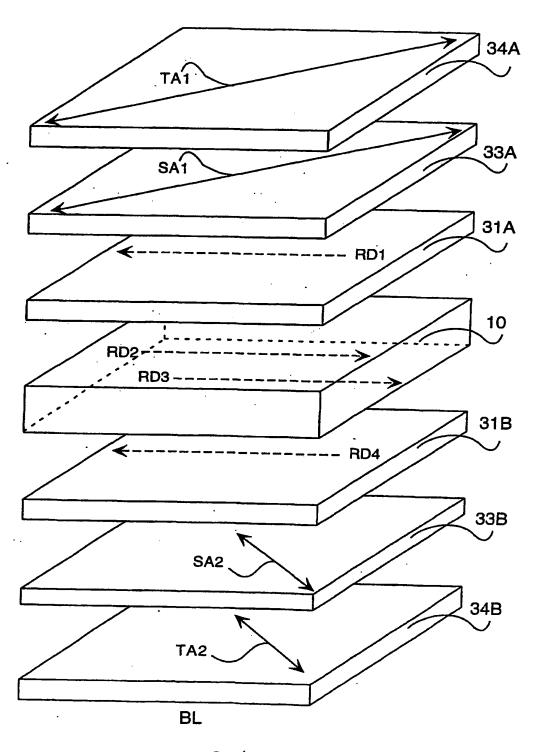
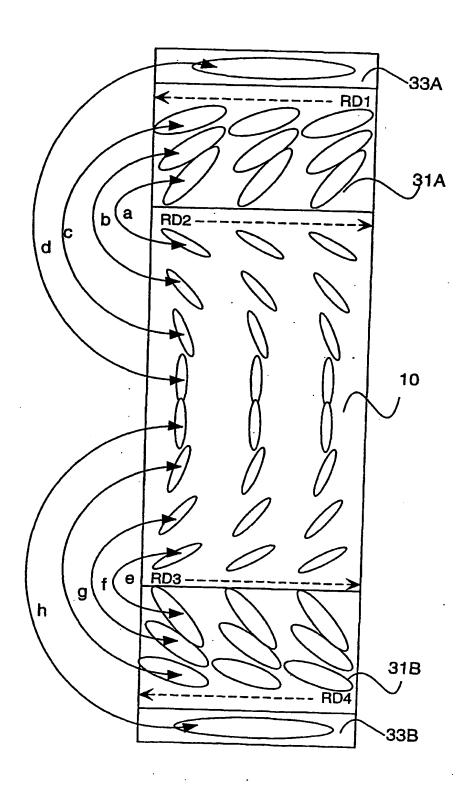


図 2









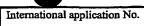


International application No.

PCT/JP01/10585

Int	A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl7 G02B5/30, G02F1/13363, C08J5/18 // C08L101:00, C08L1:12					
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC						
	B. FIELDS SEARCHED					
Int.	ocumentation searched (classification system followed Cl <sup>7</sup> G02B5/30, G02F1/13363, C0	8J5/18 // C08L101:00, C08				
Documentat	tion searched other than minimum documentation to the	ne extent that such documents are included	in the fields searched			
Jits Koka	Suyo Shinan Koho 1926-1996 Li Jitsuyo Shinan Koho 1971-2002	Toroku Jitsuyo Shinan K Jitsuyo Shinan Toroku K	Coho 1994-2002 Coho 1996-2002			
	ata base consulted during the international search (nar	ne of data base and, where practicable, sea	rch terms used)			
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where a	appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.			
EY	JP 2002-22943 A (Fuji Photo Fi		1-31			
<b></b>	23 January, 2002 (23.01.2002), Full text; all drawings (Family: none)	Im co., nca.,,	1-31			
¥	EP 774683 A2 (Fuji Photo Film 21 May, 1997 (21.05.1997), Full text; all drawings & JP 9-211444 A Full text; all drawings & US 5805253 A	Co., Ltd.),	1-31			
Y	JP 9-222600 A (Fuji Photo Film 26 August, 1997 (26.08.1997), Full text; all drawings (Family: none)	Co., Ltd.),	1-31			
X Further	documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.				
Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance earlier document but published on or after the international filing date  L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed  Date of the actual completion of the international search  13 February, 2002 (13.02.02)		"T" later document published after the interpriority date and not in conflict with the understand the principle or theory unde "X" document of particular relevance; the clean considered novel or cannot be considered step when the document is taken alone document of particular relevance; the clean considered to involve an inventive step combined with one or more other such combination being obvious to a person document member of the same patent far	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art			
Vame and ma	ailing address of the ISA/	Authorized officer				
Japar	nese Patent Office					
acsimile No.		Telephone No.	•			





PCT/JP01/10585

اند یی		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 926533 A2 (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 30 June, 1999 (30.06.1999), Full text; all drawings & JP 11-316378 A Full text; all drawings & US 6064457 A & DE 69801480 E	1-31
Y	JP 2000-111914 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 21 April, 2000 (21.04.2000), Full text; all drawings (Family: none)	1-31
Y	JP 2000-154261 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 06 June, 2000 (06.06.2000), Full text; all drawings (Family: none)	1-31
Y	JP 2000-275434 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 06 October, 2000 (06.10.2000), Full text; all drawings (Family: none)	1-31
Y	JP 2000-304931 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 02 November, 2000 (02.11.2000), Full text; all drawings . & WO 00/49430 A1 & EP 1156349 A1	1-31
PY	JP 2001-100039 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 13 April, 2001 (13.04.2001), Full text; all drawings (Family: none)	1-31
EY	JP 2001-356214 A (Konica Corporation), 26 December, 2001 (26.12.2001), Full text (Family: none)	1-31
Y	JP 9-146085 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 06 June, 1997 (06.06.1997), Fulltext; alldrawings; especially, page 3, Par. No. [0023] (Family: none)	1-7,11-12, 23-31
Y	JP 11-77822 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 23 March, 1999 (23.03.1999), Full text (Family: none)	1-7,11-12, 23-30
Y	JP 7-98411 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 11 April, 1995 (11.04.1995), Full text; all drawings (Family: none)	1-7,11-12, 23-30
Y	JP 11-326636 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 26 November, 1999 (26.11.1999), Full text; all drawings (Family: none)	1-7,11-12, 23-30
ļ		

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)





International application No.

PCT/JP01/10585

			P01/10363
C (Continua	tion). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant	ant passages	Relevant to claim N
Y	JP 9-138307 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 27 May, 1997 (27.05.1997), Full text; all drawings (Family: none)		1-7,11-12, 23-30
Y	JP 11-167025 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.) 22 June, 1999 (22.06.1999), Full text; all drawings (Family: none)	,	1-7,11-12, 23-30
		ı	
		·	
	•		

#### 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP01/10585

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))		
Int. Cl' G02B5/30, G02F1/13363, //C08L101:00, C08L1:1	, C08J5/18 2	
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))		
Int. Cl' G02B5/30, G02F1/13363	C0815/18	
//C08L101:00, C08L1:1	2	
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの	·	
日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2002年		
日本国登録実用新案公報 1994-2002年		
日本国実用新案登録公報 1996-2002年	•	
国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、	調査に使用した用語)	
国际制度(次/10/2 電子) クー・パークー・パークー・パー・	MET-OCH O'C'NED	,
		•
	·	
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の		関連する調象の範囲の番号
カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連すると		
EY JP 2002-22943 A (富士写真フ	ィルム株式会社)	1-31
2002.01.23		
全文、全図		
(ファミリーなし)	:	
T. D. 7.7.4.C. 9.9. A.9. (P., ii Ph.	oto Film Co. Itd )	1-31
Y EP 774683 A2 (Fuji Pho	oto riim co., Ltd. /	1 31
全文、全図		•
全人、主日 & J P 9-211444 A, 全文	<b>5</b> 全図	
&US 5805253 A	, <u> </u>	
&03 3003203 II	· _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · _ · · _ · _ · · _ · · _ · · _ · · _ ·	<u> </u>
区欄の続きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別	川紙を参照。
* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献	•
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す	「T」国際出願日又は優先日後に公表	された文献であって
もの	出願と矛盾するものではなく、	発明の原理又は理論
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日	の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、	<b>火酸→酔のユヤ双</b> 田
以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行	の新規性又は進歩性がないと考	
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する	「Y」特に関連のある文献であって、	当該文献と他の1以
文献(理由を付す)	上の文献との、当業者にとって	
「〇」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	よって進歩性がないと考えられ 「&」同一パテントファミリー文献	るもの
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	「62」同一ハノンドンテミリー文献	<del></del>
国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日	5.03.02
13.02.02	}	3.03.02
国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官(権限のある職員)	2V 9222
日本国特許庁(ISA/JP)	森内正明	
郵便番号100-8915	7	-
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101	内祿 3269

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP01/10585

C(続き).	関連すると認められる文献	
引用文献の		関連する 請求の範囲の番号
カテゴリー* Y	JP 9-222600 A (富士写真フィルム株式会社)         1997.08.26         全文、全図         (ファミリーなし)	1-31
Y	EP 926533 A2 (Fuji Photo Film Co., Ltd.) 1999. 06. 30 全文、全図 &JP 11-316378 A,全文、全図 &US 6064457 A &DE 69801480 E	1-31
Y	JP 2000-111914 A (富士写真フィルム株式会社) 2000.04.21 全文、全図 (ファミリーなし)	1-31
Y	JP 2000-154261 A (富士写真フィルム株式会社) 2000.06.06 全文、全図 (ファミリーなし)	1-31
Y	JP 2000-275434 A (富士写真フィルム株式会社) 2000.10.06 全文、全図 (ファミリーなし)	1-31
Y	JP 2000-304931 A (富士写真フィルム株式会社) 2000.11.02 全文、全図 &WO 00/49430 A1 &EP 1156349 A1	1-31
PY	JP 2001-100039 A (富士写真フィルム株式会社) 2001.04.13 全文、全図 (ファミリーなし)	1-31
EY	JP 2001-356214 A (コニカ株式会社) 2001.12.26 全文 (ファミリーなし)	1-31
Y	JP 9-146085 A (積水化学工業株式会社) 1997.06.06 全文、全図、特に第3頁【0023】 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-31

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP01/10585

C (続き).	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 11-77822 A (富士写真フィルム株式会社) 1999. 03. 23 全文 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-30
Y	JP 7-98411 A (富士写真フィルム株式会社) 1995.04.11 全文、全図 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-30
Y	JP 11-326636 A (積水化学工業株式会社) 1999.11.26 全文、全図 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-30
<b>Y</b>	JP 9-138307 A (積水化学工業株式会社) 1997.05.27 全文、全図 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-30
Y	JP 11-167025 A (積水化学工業株式会社) 1999.06.22 全文、全図 (ファミリーなし)	1-7, 11-12, 23-30

様式PCT/ISA/210 (第3ページの続き) (1998年7月)